

FILIERE DE FRACTIONNEMENT DES DIGESTATS EN EAU D'IRRIGATION ET FERTILISANTS RENOUVELABLES POUR UNE METHANISATION DURABLE

PROJET OMIX
APR GRAINE

RAPPORT FINAL

EXPERTISES

Sept
2022

REMERCIEMENTS

NEREUS remercie ses partenaires qui ont contribué à la réalisation de ce projet :

Pour TBI : Mathieu Sperandio, Irene Gonzalez Salgado, Xavier Lefebvre, Sébastien Pommier, Mansour Bounouba, Simon Dubos, Evrard Mengelle, Christelle Guigui.

Pour CLER VERTS : Jean Luc DA LOZZO, Yannick LOUPIAC, Julie LECOQ,

Mais aussi l'ADEME : Christophe HEVIN, Fabienne MULLER

Et la contribution de :
Pascale Chenon (VOXGAIA)

Toute représentation ou reproduction intégrale ou partielle faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite selon le Code de la propriété intellectuelle (art. L 122-4) et constitue une contrefaçon réprimée par le Code pénal. Seules sont autorisées (art. 122-5) les copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé de copiste et non destinées à une utilisation collective, ainsi que les analyses et courtes citations justifiées par le caractère critique, pédagogique ou d'information de l'oeuvre à laquelle elles sont incorporées, sous réserve, toutefois, du respect des dispositions des articles L 122-10 à L 122-12 du même Code, relatives à la reproduction par reprographie.

Ce document est diffusé par l'ADEME

ADEME

20, avenue du Grésillé
BP 90 406 | 49004 Angers Cedex 01
Numéro de contrat : 1706C0007

Étude réalisée par NEREUS, TBI et CLER VERTS pour ce projet cofinancé par l'ADEME

Projet de recherche coordonné par : Guillaume NOURRIT
Appel à projet de recherche : GRAINE 2016

Coordination technique - ADEME : Fabienne MULLER
Direction/Service : DEC / SVD



SOMMAIRE

RÉSUMÉ	5
ABSTRACT	6
1. CONTEXTE DU PROJET	7
1.1. Lot 1 : production d'eau pour l'irrigation à partir du digestat destinée à l'agriculture biologique	7
1.2. Lot 2 : faisabilité de l'extraction du NH ₃ par chimie-sorption transmembranaire (TMCS)	8
1.3. Lot 3 : production et qualification de fertilisants renouvelables.....	9
1.4. Lot 4 : application de l'eau produite en agriculture locale.....	10
1.5. Lot 5 : modélisation et supervision de l'installation	11
2. METHODOLOGIE	11
2.1. Lot 1 : production d'eau pour l'irrigation à partir de digestat destinée à l'agriculture biologique	14
2.2. Lot 2 : « faisabilité de l'extraction du NH ₃ par chimio-sorption transmembranaire (TMS) »	15
2.3. Lot 3 : « production et qualification de fertilisants renouvelables »	20
2.4. Lot 5 : « modélisation et supervision de l'installation »	20
3. PRINCIPAUX RESULTATS	21
3.1. Lot 1 : production d'eau pour l'irrigation à partir du digestat destinée à l'agriculture biologique	21
3.1.1. Tâche 1.1 : essais pilotes du fractionnement membranaire de digestat	21
3.1.2. Tâche 1.2 : suivi et analyse de l'installation industrielle – retour sur la phase de conception.....	26
3.1.3. Tâche 1.3 : optimisation des paramètres pour répondre aux caractéristiques de l'arrêté du 25/06/2014	27
3.1.4. Tâche 1.4 : demande d'autorisation d'utilisation de l'eau produite pour irrigation en agriculture biologique	31
3.1.5. Dossier de demande.....	40
3.1.6. Limites et Reproductibilité	43
3.1.7. Explication détaillée des articles de la proposition de règlement du parlement européen et du conseil relatif aux exigences minimales requises pour la réutilisation de l'eau	44
3.2. Lot 2 « Faisabilité de l'extraction du NH ₃ par chimio-sorption transmembranaire (TMCS) »	49
3.3. Lot 3 : Production et qualification de fertilisants renouvelables	54
3.4. Lot 4 : Application de l'eau produite en agriculture locale	75
3.5. Lot 5 : modélisation et supervision de l'installation	76
4. DISCUSSION	79
4.1. Bilan de matière et performances hydrauliques	79
4.2. Facteurs limitants	81
4.3. Solutions expérimentées.....	81
4.4. Viabilité économique	82

4.5. Filière alternative	82
5. CONCLUSION	83
INDEX DES TABLEAUX ET FIGURES.....	84
SIGLES ET ACRONYMES	86
ABREVIATIONS	87

RÉSUMÉ

Le projet OMIX propose le développement expérimental et la démonstration d'une filière de fractionnement totale des digestats, issus d'un site de méthanisation traitant majoritairement des biodéchets, pour obtenir d'une part divers fertilisants (organiques, organo-minéraux, minéraux) assurant le recyclage raisonné notamment des composés N, P et K vers les sols, et d'autre part de l'eau pour une utilisation en irrigation ou en réutilisation, à une échelle territoriale.

La démonstration technique de la filière OMIX est réalisée dans le bassin Toulousain de la région Occitanie. Le projet implique la société CLER VERTS pour ses compétences dans la collecte et la valorisation de biodéchets, la société NEREUS pour le développement de procédés de fractionnement de digestats, et TBI-INSA de Toulouse pour ses connaissances en génie des procédés appliqués à l'environnement.

Les objectifs scientifiques et techniques de ce projet sont :

- La production d'eau à partir des digestats, répondant à minima aux caractéristiques de l'arrêté du 25 juin 2014, pour une irrigation destinée à un site voisin de production alimentaire en agriculture biologique,
- La production et la qualification de fertilisants organo-minéraux renouvelables (concentrats de séparation liquide/solide, produit liquide azoté issus de la chimio-sorption transmembranaire (TMCS), produit cristallisé phosphaté issus de la cristallisation, produits formulés par mélange des précédents produits et de compost), permettant de générer des informations pour participer à l'évolution du contexte réglementaire sur les produits fertilisants renouvelables,
- Démontrer la faisabilité technique de la filière de fractionnement à une échelle industrielle, basée sur un schéma de valorisation d'une partie des biodéchets du bassin Toulousain, dans un contexte d'économie circulaire.

L'originalité de la filière, proposée dans ce projet, repose sur la mise en œuvre de technologies innovantes à basse consommation d'énergie : (1) une séparation liquide/solide du digestat, (2) le couplage en série de technologies membranaires incluant la nanofiltration et l'osmose inverse à basse consommation énergétique sur la partie liquide du digestat afin d'extraire de l'eau, et (3) des techniques de chimio-sorption et de cristallisation sur les concentrats de procédés membranaires pour extraire des produits fertilisants. Ces procédés sont pour certains maîtrisés et optimisés, d'autres seront testés pour la première fois à l'échelle laboratoire et des verrous techniques et scientifiques demeurent et devront être levés. Sur ces procédés nous chercherons tout particulièrement une alternative aux procédés énergivores tels que le stripping de l'ammoniac ou d'évapo-concentration.

Parmi les produits finaux, représentant autour de 95 % de la masse entrante, on retient en particulier : de l'eau réutilisable (à minima en irrigation) ou rejetable en milieu récepteur sensible ; un amendement organique ou un combustible solide renouvelable (CSR) ou un substitut de paille ; un fertilisant organo-minéral type NP, sous forme liquide ou solide ; un fertilisant minéral de type NK : $\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$ en solution.



ABSTRACT

The aim of the project is to propose the experimental development and the demonstration of a total transformation process of digestates, resulting from an anaerobic digestion site mainly treating bio-waste, to obtain a part various fertilizers (organic, organo-minerals, minerals) ensuring the reasoned recycling, in particular of the compounds N, P and K to the soil, and another part of the water for use in irrigation or in reuse, on a territorial scale.

The technical demonstration of the OMIX chain treatment is carried out in the Occitanie region, in France. The project involves the company CLER VERTS for its skills in the collection and recovery of bio-waste, the company NEREUS for the development of digestate fractionation processes, and INSA Toulouse for public research for its knowledge in engineering of processes applied to the environment.

The scientific and technical objectives of this project are:

- The production of water from digestates for irrigation intended for a neighboring organic food production site,
- The production and qualification of renewable organo-mineral fertilizers (liquid / solid separation concentrate, liquid nitrogen product resulting from transmembrane chemisorption (TMCS), crystallized phosphate product resulting from crystallization, products formulated by mixing product ratios. and compost), making it possible to generate information to participate in the evolution of the regulatory context for renewable fertilizer products,
- Demonstrate the technical feasibility of the fractionation sector on an industrial scale, based on a scheme for the recovery of part of the bio-waste from the Toulousain basin, in a circular economy context.

The originality of the sector, proposed in this project, is based on the implementation of innovative technologies with low energy consumption: (1) liquid / solid separation of the digestate, (2) the serial coupling of membrane technologies including nanofiltration and reverse osmosis with low energy consumption on the liquid part of the digestate in order to extract water, and (3) chemisorption and crystallization techniques on the concentrates of membrane processes to extract fertilizer products . Some of these processes are mastered and optimized, others will be tested for the first time on a laboratory scale, and lock-in and scientific techniques must be removed. On these processes we will particularly seek an alternative to energy-intensive processes such as the stripping of ammonia or of evapo-concentration.

Among the final products, representing around 95% of the incoming mass, we retain in particular: reusable water (at least in irrigation) or rejectable in a sensitive receiving environment; organic amendment or renewable solid fuel (SRF) or straw substitute; an organo-mineral NP fertilizer, in liquid or solid form; a mineral fertilizer of the NK type; NH₃ / NH₄⁺ solution in.

In terms of environmental objectives, the benefits of the project ensure the sustainability of the water management of a neighboring food production site. In addition, technical and



1. Contexte du projet

Le procédé de méthanisation a été identifié comme une filière de valorisation dans le cadre de l'obligation de la valorisation des biodéchets des « gros producteurs » instaurée par l'article 204 de la loi du 12 juillet 2010, dite loi Grenelle 2. Cependant, pour assurer une durabilité économique et environnementale de la filière de valorisation des biodéchets par méthanisation, il est indispensable de développer des procédés et technologies pour pérenniser la valorisation de tous les produits sortants autres que le biogaz.

L'enjeu du projet est de proposer le développement expérimental et la démonstration d'une filière de transformation totale des digestats, issus d'un site de méthanisation traitant majoritairement des biodéchets, pour obtenir d'une part divers fertilisants (organiques, organo-minéraux, minéraux) assurant le recyclage raisonné notamment des composés N, P et K vers les sols, et d'autre part de l'eau pour une utilisation en irrigation ou en réutilisation. L'originalité de ce projet est clairement cette recherche d'une double valorisation : eau et matière.

Accompagné par une évolution favorable des contextes réglementaires, le marché global du recyclage et de la réutilisation des eaux usées est en forte évolution à l'échelle internationale passant de 5 500 millions d'euros en 2009 à 20 000 millions d'euros pour 2017, pour répondre à la demande croissante en eau douce dans un contexte de changement climatique. Une façon durable d'offrir des ressources en eau alternatives consiste à développer des solutions à une échelle locale, par exemple l'agglomération de Toulouse, pour récupérer de l'eau de qualité après chaque utilisation, afin d'intensifier l'usage de l'eau, ressource rare. Cependant, la valorisation effective des produits issus de la méthanisation nécessite une évolution réglementaire et normative compatible avec le développement de l'économie : la production et la qualification de fertilisants organo-minéraux renouvelables permettront ainsi de générer des données et informations techniques et scientifiques pour faciliter l'élaboration de la réglementation sur les produits fertilisants renouvelables.

La démonstration technique de la filière OMIX est réalisée dans le bassin Toulousain de la région Occitanie et implique : la société CLER VERTS (utilisateur final) pour ses compétences dans la collecte et la valorisation de biodéchets, la société NEREUS pour le développement de procédés de fractionnement de digestats, et TBI-INSA de Toulouse (recherche publique) pour ses connaissances en génie des procédés appliqués à l'environnement.

De plus, les produits issus de la société CLER VERTS ont pour objectif de s'intégrer dans la Société Coopérative d'Intérêts Collectif, Organic-Vallée®, voisine, qui est un Pôle Territoriale de Coopération Economique (PTCE), regroupant différents types d'acteurs axés sur l'agro-activité afin de promouvoir un schéma économique basé sur les principes de l'économie circulaire.

1.1. Lot 1 : production d'eau pour l'irrigation à partir du digestat destinée à l'agriculture biologique

L'objectif de ce lot est de produire une eau à partir du digestat pouvant répondre aux caractéristiques de l'arrêté du 25 juin 2014. L'action principale menée est la mise en œuvre et le suivi du nouveau procédé industriel NEREUS sur le site de méthanisation de CLER VERTS.

Le suivi du fonctionnement du procédé sera réalisé sur toute la durée du projet OMIX. Le procédé est composé d'une première séparation mécanique permettant d'obtenir une phase solide et une phase liquide. La phase liquide est ensuite dirigée vers les étapes de séparation membranaires avec en premier lieu une nanofiltration puis une osmose inverse. Ainsi, une eau de haute qualité est produite en sortie d'osmose inverse et plusieurs rétentats liquides issus des étapes de séparation membranaire. Tel que défini dans l'APP Graine 2016, le rétentat liquide de nanofiltration subira une étape de cristallisation et le rétentat liquide de l'osmose inverse participera au développement à l'échelle laboratoire d'une extraction de l'azote par chimio-sorption transmembranaire. Les produits générés par la filière sont donc de trois types : (1) liquide grâce à la récupération du concentrât d'osmose inverse riche en N et K et à terme un sel d'ammonium, et à la récupération du concentrât de nanofiltration riche en N, K et en C très accessible, (2) cristallisé via la précipitation du concentrât de nanofiltration et (3) solide, concentré en matière organique et en composés minéraux précipités, qui pourrait correspondre à un enrichissement du compost généré sur le site. Au cours de ce suivi, la campagne de caractérisation sera axée sur l'eau de sortie pour obtenir une définition détaillée des matières en suspension, de la demande chimique en oxygène, des entérocoques fécaux, des phages ARN F-spécifiques, des spores de bactéries anaérobies et Escherichia coli afin de répondre aux exigences de l'annexe I de l'arrêté du 02 août 2010. De plus, des analyses supplémentaires, caractérisant la potabilité d'une eau, seront réalisées sur l'eau recyclée.

En début de campagne de suivi, une période de 2 mois sera axée sur l'optimisation des paramètres de fonctionnement de la filière afin d'assurer des caractéristiques en eau de sortie pouvant répondre aux exigences de l'annexe I de l'arrêté du 02 août 2010. Après la définition des conditions opératoires optimales, la durée de caractérisation sera réalisée sur une période supérieure à 6 mois dans le but de demander une autorisation pour une utilisation de l'eau en sortie de process à des fins d'irrigation.

Les autres sorties du procédé permettront d'alimenter les Lots 2 et 3 du projet OMIX dédiées à l'extraction des nutriments NPK pour la production de fertilisants organo-minéraux et minéraux. Les données générées seront utilisées pour les travaux du Lot 5 portant sur la modélisation de la filière.

1.2. Lot 2 : faisabilité de l'extraction du NH₃ par chimie-sorption transmembranaire (TMCS)

L'objectif est de démontrer la faisabilité d'une technologie de récupération de l'azote ammoniacal par une nouvelle technologie de TMCS, qui conduit à la fabrication d'une solution de sel d'ammonium valorisable en engrais. Les technologies de récupération des nutriments à partir d'effluents chargés font l'objet d'une attention toute particulière. L'élimination de l'azote dans les digestats de méthanisation ou dans les stations de traitement des eaux usées est le plus souvent effectuée par des processus de nitrification et de dénitrification au cours desquels l'azote retourne dans l'atmosphère sous forme gazeuse (N₂). Au-delà de la perte d'azote, ce processus est très énergivore et nécessite parfois des apports de produits organiques extérieurs tels que le méthanol. Convertir l'ammoniac des effluents en engrais pour le secteur agricole permettrait de convertir les unités de traitement des effluents en unités de récupération et de production de ressource (WRRFs). Ceci est d'autant plus nécessaire que la production traditionnelle d'engrais azotés par le procédé Haber-Bosch est très coûteuse en énergie et émettrice de gaz à effet de serre (Morales et al. 2013).

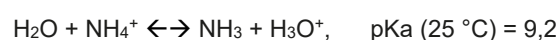
Pour la récupération d'ammoniac, le stripping à la vapeur est la technologie habituelle. Ce procédé est appliqué aux surnageants issus de digestats de méthanisation, riche en ammoniac. Cependant, il y a encore peu d'installations, une dizaine en Europe (Böhler, et al. 2016), en partie parce que le stripping n'est pas économiquement favorable en raison de la forte demande énergétique et des coûts d'installation (Morales et al. 2013).

Dans ce contexte, la technique de TMCS (TransMembrane Chimio Sorption) est une nouvelle alternative prometteuse pour la récupération d'ammoniac. Dans ce processus, le gaz ammoniac (NH₃) passe à travers une membrane hydrophobe vers une solution acide dans laquelle il est solubilisé sous forme d'ammonium (NH₄⁺), produisant ainsi une solution de sel d'ammonium (sulfate d'ammonium pour l'usage d'acide sulfurique). En raison du taux de transfert d'ammoniac élevé, le module membranaire est compact. Cette technique évite en outre de transporter un flux de gaz tel que dans l'étape de stripping, réduisant considérablement les besoins énergétiques. Il y a encore peu d'études sur la technologie TMCS à l'échelle pilote.

Dans la littérature les principaux paramètres étudiés pour optimiser le transfert du NH₃ dans le procédé de chimie-sorption transmembranaire sont :

- Effet de la concentration initiale d'ammoniac dans l'effluent et sa vitesse de passage
- Effet de la température d'entrée de l'effluent
- L'effet de la concentration en sel
- L'utilisation du type d'acide et sa vitesse de passage
- L'effet des matières en suspension
- L'effet du pH

Le pH et la température de l'effluent contenant l'ammoniac jouent un rôle très important. Après digestion anaérobie et des procédés de fractionnement, le pH du rétentat est aux alentours de 8. En conséquence, l'azote ammoniacal se trouve principalement sous la forme ionique NH₄⁺. L'équilibre de l'azote ammoniacal est décrit par :



La prédominance de la forme ionique ammonium (NH₄⁺) et la forme non ionique ammoniac (NH₃) est fonction du pH. Pour maximiser la forme NH₃ par l'augmentation du pH, l'addition d'une base (par exemple NaOH ou KOH) ou un prétraitement de stripping du CO₂ peut être nécessaire.

Le pKa de l'équilibre acido-basique NH₃/NH₄⁺ est fortement influencé par la température, il diminue lorsque la température augmente. Ainsi, l'augmentation de la température de l'effluent permet aussi de maximiser la fraction de la forme NH₃ sous une condition de pH donnée.



Les membranes utilisées pour ce procédé sont de type fibres creuses microporeuses et de caractère hydrophobique. Les matériaux les plus utilisés sont le Polypropylène (PP), le Polytetrafluoroéthylène (PTFE) et le Polyfluorure de vinylidène (PVDF). Le PP est le seul utilisé dans des applications de grande taille (du Preez et al. 2005 ; Ulbricht et al. 2013 ; Boehler et al. 2015 ; Aligwe et al. 2019).

Il y a peu d'études sur la technologie TMCS à l'échelle pilote et industrielle. Boehler et al. (2015) ont obtenu un rendement global d'ammoniac de 80-99 % sur digestat de boues digérées avec un contacteur à membrane pilote de 120 m² à la station de Neugut. Deux contacteurs membranaires en série ont également été testés, le rendement d'extraction atteint 80-85 % à la station d'Altenrhein. Des performances similaires ont été signalées sur la station de Velon, dont la concentration en N-NH₄⁺ dans le liquide des boues était d'environ 1 035 mg L⁻¹. A notre connaissance, seulement deux installations sont de taille industrielle : STEP de Münster, Allemagne (Richter et al. 2016) et Yverson-les-bains, Suisse (Böhler, et al. 2016). Il a été possible d'extraire 80 % de l'ammoniac tout en générant un produit final de concentration de N-NH₄⁺ de 30-40 g.L⁻¹. Un point crucial a été de prévenir le risque de colmatage en particulier lié à la présence des matières en suspension (MES) et ce par un prétraitement efficace des eaux usées (sédimentation, filtration, microfiltration).

1.2.1. Objectif du lot 2

L'objectif du lot 2 « Faisabilité de l'extraction du NH₃ par chimio-sorption transmembranaire (TMCS) » est d'évaluer les capacités de membranes hydrophobes pour extraire l'azote ammoniacal par chimio-sorption transmembranaire, contenu dans le rétentat d'osmose inverse produit à partir de la filière de fractionnement membranaire de digestats, élaborée par la société NEREUS. Le procédé permet ainsi d'extraire directement le NH₃ récupéré pour le concentrer dans une solution acide. Celui-ci a montré des performances élevées en termes de récupération de l'azote. Cependant il existe encore peu d'études de son application sur des effluents chargés en sels multiples du type des digestats de méthanisation territoriale. Ainsi, il sera nécessaire de montrer l'efficacité de ce procédé sur ce type d'effluents complexes. Notre filière a l'avantage de nous affranchir du problème des matières en suspension (MES) car le procédé sera appliqué sur le rétentat d'osmose inverse ayant subi au préalable une étape de nanofiltration. Le lot 2 est composé de 4 tâches :

Tâche 2.1 : Recherche bibliographique

Tâche 2.2: Montage du pilote expérimental

Tâche 2.3 : Essais batch sur effluents synthétiques

Tâche 2.4 : Essais batch sur des effluents issus de la filière de fractionnement de digestats : perméat NF et rétentat OI

1.3. Lot 3 : production et qualification de fertilisants renouvelables

L'objectif de ce lot est de réaliser un bilan complet de la caractérisation des différents flux issus de la filière de fractionnement des digestats tout au long de sa période d'implantation sur le site. La caractérisation fine (flux en masse ou volume, matières sèches, matières organiques, NPK sous forme organique, inorganique, libre et précipité, coût énergétique) permettra d'identifier l'hétérogénéité et la variabilité de la composition de ces matrices. Les fertilisants envisagés sont de trois types : (1) liquide grâce à la récupération du concentrât d'osmose inverse riche en N et K (duquel l'azote sera potentiellement extrait), (2) cristallisé via la précipitation du concentrât de nanofiltration et (3) solide qui pourrait correspondre à un enrichissement du compost généré sur le site.

En parallèle, une synthèse bibliographique des normes existantes à l'échelle française et européenne est effectuée afin d'être capable de proposer une reformulation des sorties pour tendre vers une famille de fertilisants organo-minéraux homologables. Un rapprochement avec les organismes Club Biogaz, l'Association Technique Energie Environnement et l'Association Européenne du Biogaz sera réalisé dans le but de participer aux groupes de travaux et à l'évolution des normes en partageant les informations techniques et scientifiques qui seront produites lors de ce Lot 3 et ainsi appuyer le choix des futurs décisions qui seront prises à la Commission Européenne sur les projets de règlement européen par rapport à l'utilisation de digestats de méthanisation en tant que matières fertilisantes.

Des tests d'utilisation des fertilisants générés seront organisés avec les fermes expérimentales de la région, en coopération scientifique, technique et opérationnelle avec l'INRAE, les lycées agricoles, les écoles d'agronomie concernés. Leurs recommandations, concernant la relation entre les fertilisants générés et les pratiques d'épandage, seront intégrées et des modules de sensibilisation/évolution/formation seront élaborés avec eux.

1.3.1. Objectif du lot 3

Une recherche bibliographique est réalisée. L'enjeu est d'effectuer une analyse comparative et tendancielle des réglementations européennes sur les matières fertilisantes et ainsi définir les exigences à respecter d'un point de vue sanitaire par rapport aux matières entrantes utilisées et un domaine de gammes de concentrations en N, P et K pour les produits normés déjà sur le marché. L'évolution en cours du contexte réglementaire européen sur l'utilisation et la mise sur le marché de digestats de méthanisation sera bien sûr suivie avec attention. Ces informations nous permettront de connaître les familles de fertilisants organo-minéraux homologables et de proposer des reformulations sur les produits générés par la filière.

A l'échelle expérimentale, des essais de cristallisation font également partis du lot 3 du projet OMIX et seront réalisés grâce à un pilote industriel couplé à la filière

En parallèle à ces essais de cristallisation et du fonctionnement de la filière, plusieurs campagnes de caractérisation fine des produits générés, sont effectuées. Les paramètres suivants seront analysés : matières sèches, matières organiques, NPK total et son fractionnement sous forme inorganique, libre et précipité.

L'ensemble des données mesurées sur la filière et les analyses faites sur les produits générés permettra de réaliser un bilan de masse sur les matières et les nutriments. Il sera associé aux consommations énergétiques des différentes étapes de la filière afin de qualifier le bilan technico-économique de la filière. Ces données de caractérisation permettront de définir une analyse comparative des fertilisants potentiels de la filière et ainsi de proposer des spécifications pour leur amélioration et/ou d'envisager l'homologation de certains produits.

L'ensemble des tâches comprise dans ce lot 3 sont les suivantes :

Tâche 3.1 : Recherche bibliographique sur normes fertilisantes existantes

Tâche 3.2: Campagnes de caractérisation des produits générés (matières, nutriments)

Tâche 3.3 : Essais de cristallisation sur concentrât NF

Tâche 3.4 : Définition de nouveaux produits fertilisants

Tâche 3.5 : Application de capteurs en ligne sur les sorties de l'installation industrielle

1.4. Lot 4 : application de l'eau produite en agriculture locale

L'objectif de ce lot est d'assurer une reminéralisation naturelle de l'eau osmosée issue de la filière de fractionnement des digestats. En s'appuyant sur les processus de reminéralisation utilisés dans le domaine de la potabilisation de l'eau, un bassin supérieur recevra l'eau osmosée : cette eau pourra s'écouler vers le bassin inférieur (existant) par infiltration à travers un massif poreux séparant les deux bassins et constitué de matériaux naturels aptes à reminéraliser l'eau.

L'eau reminéralisée sera utilisée en irrigation sur une parcelle témoin sur le site voisin de production alimentaire en agriculture biologique. Une sous-traitance sera réalisée afin d'avoir une expertise et un accompagnement pour l'utilisation de cette eau reminéralisée pour une irrigation en agriculture biologique.

1.4.1. Objectif du lot 4

1.4.1.1. Le lot 4 se divise en 2 actions principales :

- La reminéralisation de l'eau : l'objectif à atteindre pourra se fixer les exigences de l'arrêté du 11 janvier 2007 relatif aux limites et références de qualité des eaux brutes et des eaux destinées à la consommation humaine qui sont un titre hydrométrique (TH) supérieur à 8°F, ou titre calcique (TCa) supérieur à 8°F en présence prépondérante de magnésium dans l'eau brute, un titre alcalimétrique complet (TAC) supérieur à 8°F, une conductivité supérieure à 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à 25 °C, un pH voisin de 8 et une eau non corrosive. La reminéralisation sera assurée par un dispositif de type filtre à calcaire, présenté dans la Figure 1. Il sera proposé d'évaluer les capacités de reminéralisation du calcaire endogène, présent sur le site, et un calcaire exogène, habituellement utilisé pour ces étapes de reminéralisation. L'eau reminéralisée alimentera un bassin naturel de stockage déjà existant sur lequel des aménagements seront réalisés pour stocker les différents types d'eau reminéralisés. Un rapproche avec la société Usine de Kervellerin sera réalisée pour dimensionner le dispositif et choisir les matériaux.

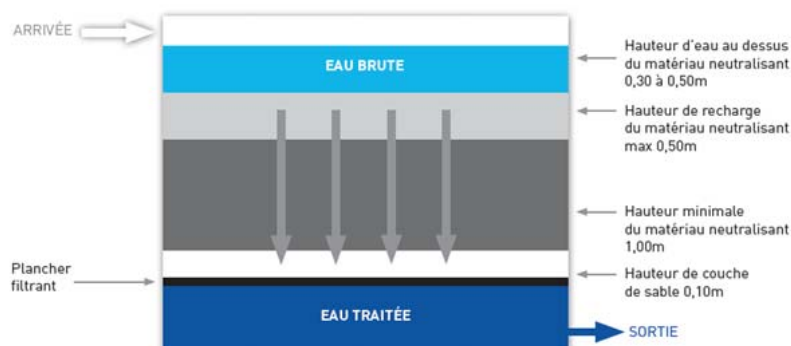


Figure 1 : schéma de fonctionnement d'un filtre à calcaire (ANSES, 2016).

- L'utilisation de l'eau : les eaux reminéralisées (à partir de calcaire endogène et exogène) seront utilisées en irrigation sur des cultures maraîchères. Une parcelle expérimentale sera donc définie et divisée en trois zones. Chaque zone subira des pratiques agricoles similaires sauf dans le cadre de l'irrigation : la zone 1, dite témoin, sera irriguée avec une eau classique, la zone 2 sera irriguée avec une eau reminéralisée avec le calcaire endogène et la zone 3 sera irriguée avec une eau reminéralisée avec le calcaire exogène. Ainsi, une comparaison des facteurs de production à partir des différentes eaux pourra être réalisée.

1.5. Lot 5 : modélisation et supervision de l'installation

Pour rappel, le premier objectif de ce Lot 5 « Modélisation et supervision de l'installation » est de modéliser la filière d'extraction de l'ammoniac grâce aux outils de simulation dynamique développés au TBI. La base de données issue des Lots 1, 2 et 3 permettra de calibrer et de valider les modèles. Cet outil numérique permettra de tester différentes compositions et ainsi de proposer des voies d'optimisation de la filière, en fonction notamment des caractéristiques des digestats. Le second objectif est l'analyse des dynamiques de capteurs en ligne et des corrélations aux propriétés des produits générés par la filière. Dans la perspective d'assurer le contrôle et le suivi de la qualité des produits générés, des stratégies de contrôle-commande basées sur des mesures en lignes appliquées sur les effluents seront testées.

2. Méthodologie

L'originalité de la filière, proposée dans ce projet, repose sur la mise en œuvre de technologies innovantes à basse consommation d'énergie (Figure 2) :

- (1) une séparation liquide/solide du digestat
- (2) le couplage en série de technologies membranaires incluant la nanofiltration et l'osmose inverse à basse consommation énergétique sur la partie liquide du digestat afin d'extraire de l'eau
- (3) des techniques de chimio-sorption et de cristallisation sur les concentrats de procédés membranaires pour extraire des produits fertilisants.

Ces procédés sont pour certains maîtrisés et optimisés, d'autres sont testés pour la première fois à l'échelle laboratoire et des verrous techniques et scientifiques demeurent et doivent être levés. Sur ces procédés nous cherchons tout particulièrement une alternative aux procédés énergivores tels que le stripping de l'ammoniac ou d'évapo-concentration.

A notre connaissance, il n'existe pas à l'échelle industrielle, de solutions proposant une valorisation complète des digestats de méthanisation avec une logique territoriale et d'économie circulaire pour les substrats gérés et les produits générés. Ainsi, le projet OMIX a pour objectif de démontrer la faisabilité d'une filière capable de proposer une valorisation pour l'ensemble des produits générés. La filière dans notre projet est axée sur des technologies membranaires incluant la nanofiltration et l'osmose inverse à basse consommation énergétique dans le but de produire une eau destinée à l'irrigation et des fractions fertilisantes contenant le N, P et K.

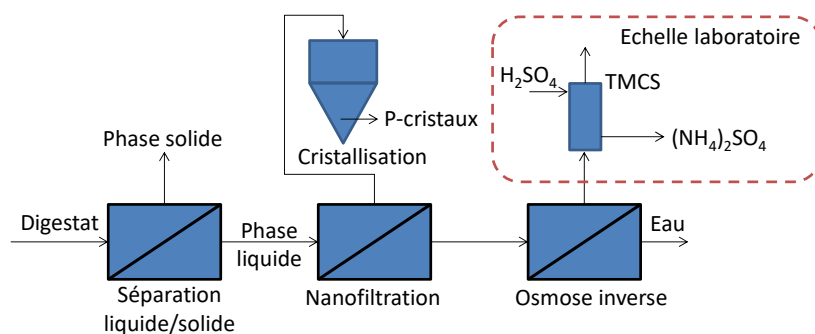


Figure 2 : Schéma de la filière de fractionnement des digestats

Dans la littérature internationale, des travaux récents présentent l'utilisation de procédés membranaires pour la valorisation de digestats. Le Tableau 1 Filières de fractionnement des digestats issues de la littérature scientifique synthétise ces travaux en comparaison aux objectifs du projet OMIX. L'étude de Tampio et al. (2016) montre que les technologies appliquées pour la récupération de l'azote, telles que le stripage, restent énergivores.

Ainsi, le procédé par chimio-sorption transmembranaire, que nous proposons, a l'avantage de permettre une séparation directe de l'azote et ainsi de s'affranchir d'une étape de transformation par rapport au procédé de stripage (stripage/condensation). A l'heure actuelle, une grande partie des applications a été réalisée dans le domaine des eaux usées, soit sur des effluents synthétiques pour les études à l'échelle laboratoire, soit sur des effluents réels.

Les rendements de récupération de NH_3 sont supérieurs à 80 % et souvent proche de 95-99 % (Alcaraz Segura, 2012 ; Hwang, Ahn, & Shin, 2012; Kartohardjono, Handayani, Deflin, Nuraeni, & Bismo, 2012; Slowikowski, 2010; Tan, Tan, Teo, & Li, 2006; Ulbricht, Schneider, Stasiak, & Sengupta, 2013). Les solutions de sulfate d'ammonium obtenues peuvent atteindre 250 g.L⁻¹ (Ulbricht et al., 2013). Peu d'études ont porté sur la récupération de l'azote à partir d'effluents de type digestats et lisiers. Le couplage que nous proposons dans ce projet permettra de s'affranchir des problématiques liées aux MES présentes dans les digestats car l'effluent sera issu d'une étape de nanofiltration. Nous pouvons donc envisager un fonctionnement dans des conditions optimales du procédé TMCS qui permettra de viser des performances élevées. De plus, nous allons travailler sur un effluent liquide fortement concentré en azote inorganique de l'ordre de 6 à 7 g.L⁻¹ de N-NH₄⁺. Après un rapprochement avec les fournisseurs français de modules membranaires Liqui-Cel® (Entreprise 3M, spécialisé pour l'élimination de gaz dans les effluents liquides), il s'avère que ces conditions d'extraction d'azote n'ont pas encore été testées. Les résultats qu'ils possèdent se limiter à des effluents contenant 2 g.L⁻¹ de N-NH₄⁺

Une problématique supplémentaire sera cependant à étudier : elle concerne la possible précipitation de composés minéraux à la surface de la membrane étant donné le pH élevé susceptible de favoriser ce phénomène.

Tableau 1 : Filières de fractionnement des digestats issues de la littérature scientifique

CRITERES DE COMPARAISON (2) échelle laboratoire	OMIX APR GRAINE	Ledda et al. (2013) N-Free®	Tampio et al. (2016)
Procédé	Fractionnement Tamis + Membranes + TMCS	Ultrafiltration Osmose inverse Stripage à froid	Stripage et/ou Evaporation, Osmose inverse
Récupération de l'azote	OUI dont deux fractions minérales	(NH ₄) ₂ SO ₄ à 22-31% 6% en N	(NH ₄) ₂ SO ₄ 1,8% en N
Récupération du phosphore	OUI Dans 2 fractions, dont une minérale	OUI (amendement)	Non spécifié
Récupération du potassium		OUI (amendement)	Non spécifié
Réutilisation de l'eau		OUI (eau de process)	OUI (eau de process)
Energie consommée	10 kWh.m ⁻³ < 3 kWh.kg _{Nrécupéré} ⁻¹	Non spécifié	153-213kWh.kg _{Nrécupéré} ⁻¹
Valorisation globale des digestats	OUI	OUI	
Coûts estimés	1,5-2,5 €.m ⁻³ de digestat industrialisé	4,2 €.m ⁻³ de digestat avant scale up	

Une synthèse bibliographique sur le recyclage des Matières Fertilisantes d'Origines Résiduaire (MAFOR) a permis de mettre en avant qu'il s'agit d'une filière agroéconomique importante. Les MAFOR sont principalement d'origine agricole (effluents d'élevage), industrielle (effluents bruts et boues agro-industrielles) et urbaine (boues d'épuration urbaines et déchets urbains) (Benoît et al., 2014). Ces matières premières sont pour la majorité épandues directement ou après application de traitement comme le compostage, le chaulage, la digestion anaérobie... De nos jours, dans un contexte où se combinent les volontés de réduction des volumes de déchets générés, leur recyclage, l'augmentation des coûts des engrais de synthèse, la raréfaction des ressources minières, notamment de phosphore, et la dégradation des taux de matière organique des sols cultivés, la réutilisation en agriculture des différentes fractions des déchets semble indispensable.

La valorisation des MAFOR jouent ainsi un rôle agroéconomique important pour l'avenir de la filière agricole. Les effluents d'élevage constituent la source majoritaire des MAFOR, avec près de 80 % valorisées par épandage. Les boues d'épuration recyclées en agriculture représentent moins de 1 % des quantités totales des matières fertilisantes épandues. Les fumiers dont une grande majorité d'origine bovine sont les effluents les plus épandus en quantité. Ils ont été employés sur 62 % des surfaces recevant des MAFOR en 2011 et ils représentaient 63 % des quantités totales épandues, selon Agreste (voir Figure 3). Les lisiers et fientes ont été épandus sur 22 % des surfaces agricoles recevant des MAFOR en 2011 et ils représentaient 27 % de quantités totales épandues. Ils sont très largement concentrés dans l'ouest de la France. La forte disparité entre régions françaises est en lien direct avec la répartition géographique des cheptels.

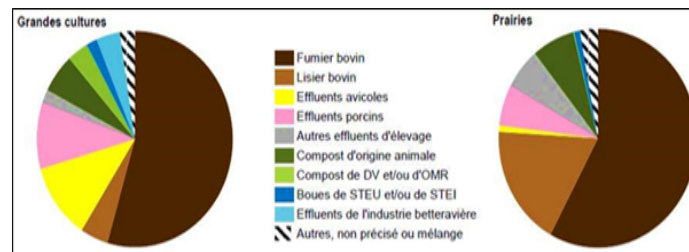


Figure 3 : Pourcentage des différents types de MAFOR épandues en grandes cultures et en prairies (Source : Agreste Enquête "Pratiques culturales" 2011)

Ces effluents tendent à être méthanisés dans le but de produire une énergie renouvelable à partir de la fraction organique facilement dégradable. Cependant, les digestats de méthanisation présentent deux problématiques : leur volume à stocker et leur statut de déchet. Ainsi, nos solutions œuvrent d'une part pour réduire les volumes à stocker en extrayant une eau de qualité et d'autre part à contribuer à produire des fractions ayant un intérêt agronomique.

Les digestats de méthanisation constituent encore une part infime des MAFOR épandus car le nombre d'unité de méthanisation en France est limité, mais en pleine expansion. Considéré comme un déchet, le digestat brut est soumis à un plan d'épandage. Son contenu dépend du régime ICPE de l'installation et du type de matières entrantes. Pour sortir de la contrainte du plan d'épandage, il est possible d'obtenir le statut de "produit" à la suite d'une homologation / autorisation provisoire de mise sur le marché (AMM) au cas par cas par arrêté préfectoral ou d'une conformité de normalisation (voir Figure 4).

Le procédé de fractionnement membranaire de NEREUS permet ainsi de concentrer les matières fertilisantes (N, P, K...) à partir du digestat de méthanisation. La mise sur le marché est la voie principale, à l'heure actuelle, pour permettre une valeur économique de ces fractions pouvant être considérées comme des fertilisants renouvelables. Cependant, cette démarche est fastidieuse et demande une faible variabilité des caractéristiques ce qui est peu compatible avec ce domaine.



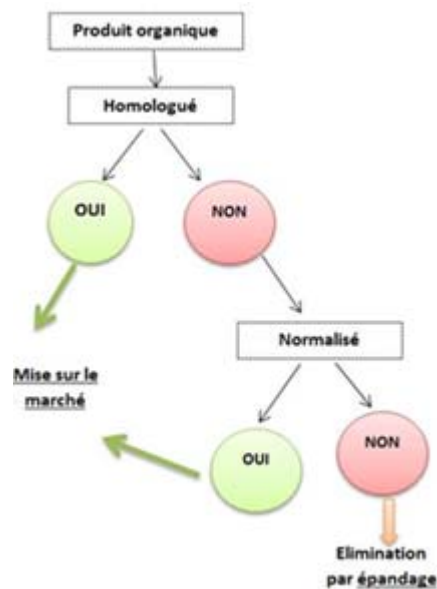


Figure 4 : Processus de mise sur le marché des digestats

Le 13 juin 2017 un arrêté a instauré un cahier des charges pour la mise sur le marché et l'utilisation de digestats bruts de méthanisation agricoles en tant que matières fertilisantes. Pour les sites qui produisent du digestat répondant aux critères définis dans ce cahier des charges, il n'y a plus besoin de répondre à une norme ou d'avoir une autorisation de mise sur le marché (homologation) pour "sortir" du statut de déchet et pouvoir être vendu à un tiers, sans plan d'épandage. Concernant l'unité de méthanisation de la société CLER VERTS, elle ne peut pas répondre à ce cahier des charges car ses substrats sont avec une fraction majoritaire de biodéchets. Il est ainsi encore nécessaire d'apporter des données terrains pour permettre la création d'un cahier des charges spécifiques aux digestats issus de la méthanisation de biodéchets afin de les sortir du statut de déchet.

2.1. Lot 1 : production d'eau pour l'irrigation à partir de digestat destinée à l'agriculture biologique

Le lot 1 du projet OMIX consiste au fractionnement du digestat de méthanisation du site de CLER VERTS en eau purifiée et différentes fractions par une filière unique et écoénergétique de filtration membranaire.

La tâche 1.1 réside à l'installation du pilote NEREUS de taille industrielle sur le site de méthanisation. Pour ce faire, la première étape consiste en la réalisation d'une étude de faisabilité sur site client par plusieurs pilotes de filtration.

A la suite des résultats sur les pilotes de tailles semi-industrielle et industrielle, le démonstrateur a été construit dans les ateliers de NEREUS avant son implantation sur site industriel de méthanisation.

Le suivi du fonctionnement du procédé sera permanent tout au long du projet OMIX. Le schéma de principe de celui-ci est présenté sur la Figure 5.

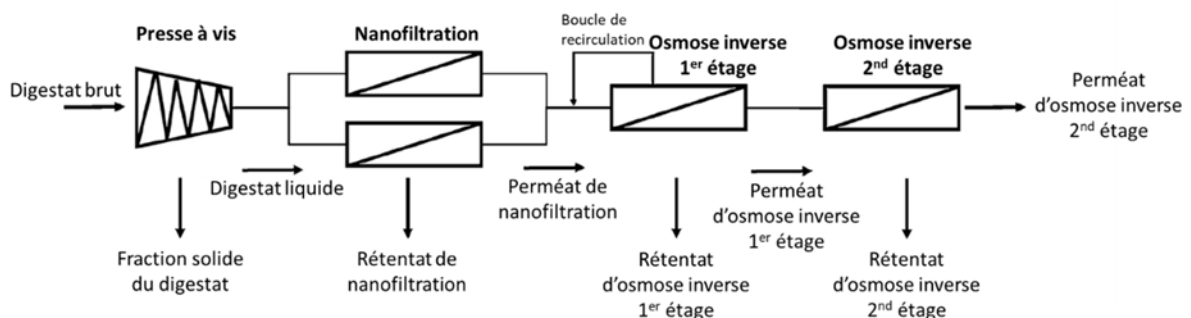


Figure 5 : Procédé VALORDIG schématisé



En sortie de post-digesteur, le résidu de méthanisation est qualifié de digestat brut (DB). Le procédé NEREUS est composé d'une première séparation mécanique par presse à vis permettant l'obtention d'une phase solide et d'une phase liquide, le digestat liquide (DL). Celle-ci est ensuite dirigée vers les étapes de séparation membranaires avec en premier lieu une nanofiltration *via* disques céramiques en rotation présentant un seuil de coupure de 5 nm sont installés. Le perméat de cette étape de fractionnement est l'intrant des membranes d'osmose inverse permettant d'épurer l'effluent vers une eau purifiée.

Ainsi, une eau à plus faible charge minérale est obtenue en sortie d'osmose inverse en plus de divers rétentats liquides issus des étapes de séparation membranaire. Le rétentat liquide de nanofiltration subira une étape de cristallisation et le rétentat liquide de l'osmose inverse participera au développement à l'échelle laboratoire d'une extraction de l'azote par chimio-sorption transmembranaire. Les produits générés par la filière sont donc de trois types : (1) liquide grâce à la récupération du concentrât d'osmose inverse riche en N et K et à terme un sel d'ammonium, et à la récupération du concentrât de nanofiltration riche en N, K et en C très accessible, (2) cristallisé via la précipitation du concentrât de nanofiltration et (3) solide, concentré en matière organique et en composés minéraux précipités, qui pourrait correspondre à un enrichissement du compost généré sur le site.

Un suivi physico-chimique et bactériologique sera réalisé, axé sur l'eau de sortie pour obtenir une définition détaillée des matières en suspension, de la demande chimique en oxygène, des entérocoques fécaux, des phages ARN F-spécifiques, des spores de bactéries anaérobies et *Escherichia coli* afin de répondre aux exigences de l'annexe I de l'arrêté du 02 août 2010. De plus, des analyses supplémentaires, caractérisant la potabilité d'une eau, seront réalisées sur l'eau recyclée. Certaines des campagnes d'analyses sont réalisées en interne par l'équipe de R&D de NEREUS. Les autres sont sous-traitées dans un laboratoire privé accrédité COFRAQ.

Après la définition des conditions opératoires optimales, la durée de caractérisation sera réalisée sur une période supérieure à 6 mois dans le but de demander une autorisation pour une utilisation de l'eau en sortie de process à des fins d'irrigation. Etant donné la finalité d'irrigation en agriculture biologique, un accompagnement en sous-traitance pour l'élaboration du dossier de demande d'autorisation sera demandé auprès d'ECOCERT.

Les autres sorties du procédé permettront d'alimenter les Lots 2 et 3 dédiées à l'extraction des nutriments NPK pour la production de fertilisants organo-minéraux et minéraux. Les données générées seront utilisées pour les travaux du Lot 5 portant sur la modélisation de la filière.

2.2. Lot 2 : « faisabilité de l'extraction du NH₃ par chimio-sorption transmembranaire (TMS) »

La première phase de ce Lot 2, est une étude bibliographique approfondie afin de synthétiser les connaissances présentes dans la littérature internationale. Ensuite, un pilote expérimental à l'échelle laboratoire a été dimensionné et construit.

Des essais expérimentaux ont été réalisés d'abord avec un effluent synthétique simulant la composition en azote d'un rétentat d'osmose inverse/perméat de nanofiltration traitant une phase liquide de digestat. La seconde campagne d'essais a été effectuée avec matrices réelles provenant des travaux du Lot 1. À la suite de l'étude bibliographique et aux résultats laboratoire, le prétraitement de l'effluent entrant au TMCS a été identifié comme un paramètre clé du procédé. Des essais laboratoire supplémentaires, qui n'étaient pas prévus initialement, ont été réalisés concernant le prétraitement de l'effluent avec l'ajout d'une étape de stripping de CO₂ préalable au TMCS.

L'ensemble des résultats laboratoires ont permis de proposer le dimensionnement à l'échelle semi-industrielle d'un pilote TMCS. La conception du pilote de taille semi-industrielle a été menée par S. Dubos et E. Mengelle de l'équipe technique de l'EAD 9 (TBI).

Les résultats de cette tâche font partie de la thèse en cours réalisé par I. Gonzalez Salgado sous la supervision de M. Spérandio et C. Guigui au sein du laboratoire TBI.

2.2.1. Tâche 2.1 : Recherche bibliographique

L'étude de l'art de la technique TMCS a synthétisé les connaissances présentes dans la littérature internationale avec un focus sur l'influence des conditions opératoires, les mécanismes de transfert de l'azote ammoniacal, les différentes configurations et applications du procédé, le retour d'expériences des études aux échelles pilote et industrielle, les caractéristiques des membranes utilisées et les études de modélisation disponibles sur la technologie appliquée à l'extraction de l'azote ammoniacal. Une publication est dans la phase de correction et sera soumise dans un journal international courant novembre 2021.

2.2.2. Tâche 2.2 : Montage du pilote expérimental

2.2.2.1. Conception et réalisation du pilote échelle laboratoire

Le module TMCS utilisé dans notre étude a été réalisé avec une membrane microporeuse en PTFE hydrophobe (676 fibres, diamètre interne 0,43 mm, diamètre externe 0,87 mm et 0,52 m² de surface) fournie par la société POLYMEM. L'acide sulfurique est utilisé pour s'écouler à l'intérieur des fibres du module tandis que l'effluent azoté s'écoule dans la partie externe des membranes. L'influence de différents paramètres (pH, température, influençant l'équilibre acido-basique du couple NH₄⁺/NH₃, le débit de circulation...) a été étudiée afin d'atteindre des performances d'extraction maximales de l'azote et prédire les performances futures d'une installation de plus grande taille. L'unité laboratoire est présentée dans la Figure 6.

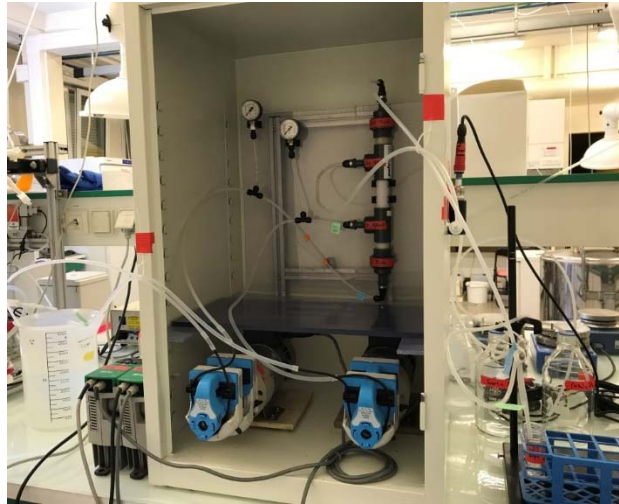


Figure 6 : Dispositif expérimental TMCS

2.2.2.2. Conception et réalisation du pilote échelle semi-industrielle

Les résultats obtenus dans le lot 2 ont permis de proposer le dimensionnement d'un pilote à l'échelle semi-industrielle. À la suite d'un appel d'offre, l'installation a été fournie par la société EFCI (Equipments for Chemical Industries). Le pilote est installé dans la plateforme de recherche SOLIDIA, placée au sein de CLER VERTS. L'alimentation du pilote est faite avec des solutions synthétiques et des effluents issus de la filière de fractionnement de digestat NEREUS.

L'installation pilote combine plusieurs prétraitements pour optimiser les conditions opératoires de pH et température, ainsi que pour protéger le contacteur membranaire de l'encrassement. L'unité a été conçue pour traiter différents effluents contenant de l'azote ammoniacal et du phosphore. Dans l'application au traitement des effluents issus de la filière de fractionnement de digestats, l'effluent est pompé vers le premier réacteur équipé avec agitation et aération, où l'étape de stripping du CO₂ a lieu pour faire monter le pH de l'effluent et maximiser la forme NH₃. Ensuite, l'effluent est pompé vers le décanteur, un ajout de NaOH dans la canalisation est installé pour réguler le pH de l'effluent. Après la décantation, l'effluent est pompé vers l'échangeur de chaleur à plaques et finalement, dans le contacteur membranaire à fibres creuses, EXF 8x20 Liqui-Cel (3M Company) de 53 m² de surface. L'effluent circule à l'extérieur des fibres dans le contacteur membranaire. Un filtre à cartouche de 5 µm est placé entre l'échangeur et la membrane pour protéger le module membranaire. A l'intérieur des fibres une solution d'acide dilué est recirculé. La solution acide doit être en conditions d'excès pour assurer la réaction et le transfert de NH₃, pour cela, le pH est régulé par une consigne avec l'ajout d'acide concentré par une pompe péristaltique. Compte tenu de l'influence du temps de contact sur les performances, le pilote permettra d'évaluer l'extraction de l'azote dans un module avec un trajet de filtration plus long et des caractéristiques hydrodynamiques plus représentatives. La Figure 7, la Figure 8 et la Figure 9 montrent un schéma de l'installation, le modèle 3D et des photos de la livraison de l'unité pilote TMCS, respectivement.

Les expériences avec le pilote ont été décalées en raison du besoin des expériences préalables nécessaires pour leur conception et la construction du pilote a eu un retard d'un an lié au contexte de crise sanitaire, la livraison a été faite en mars 2021. Après une période de mise en route, les premières expériences avec une alimentation d'effluent synthétique ont été menées en juillet 2021.

Une évaluation préliminaire des matrices réelles issues de la filière de fractionnement de digestat ont été réalisés (effluent PNF). Ces expériences seront complétées dans le dernier trimestre de l'année 2021 et ses résultats seront valorisés dans la thèse en cours sur la technologie TMCS.

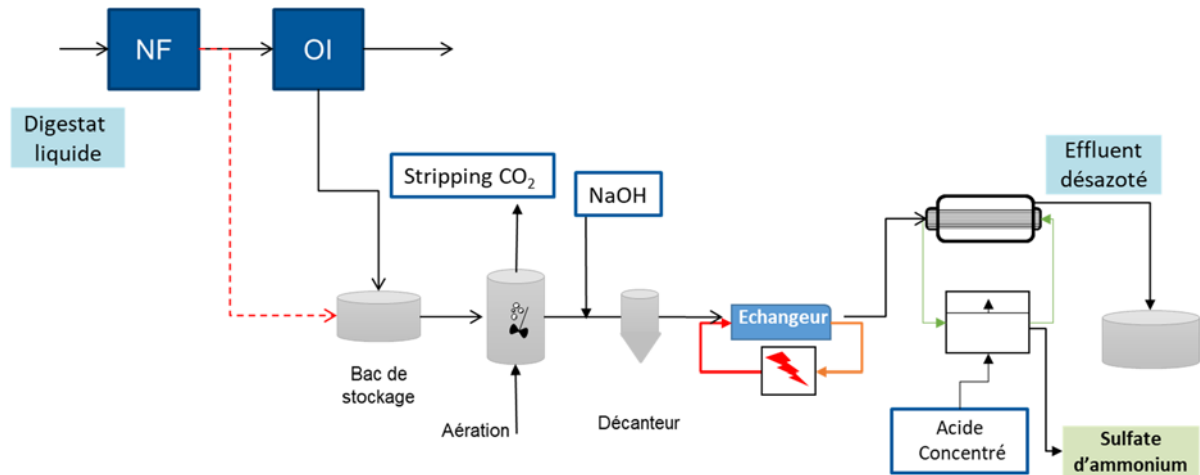


Figure 7 : Schéma pilote TMCS taille semi-industrielle. La ligne rouge pointillé indique que l'alimentation du pilote peut être fait avec le perméat de la nanofiltration (NF) ou le rétentat de l'osmose inverse (OI).

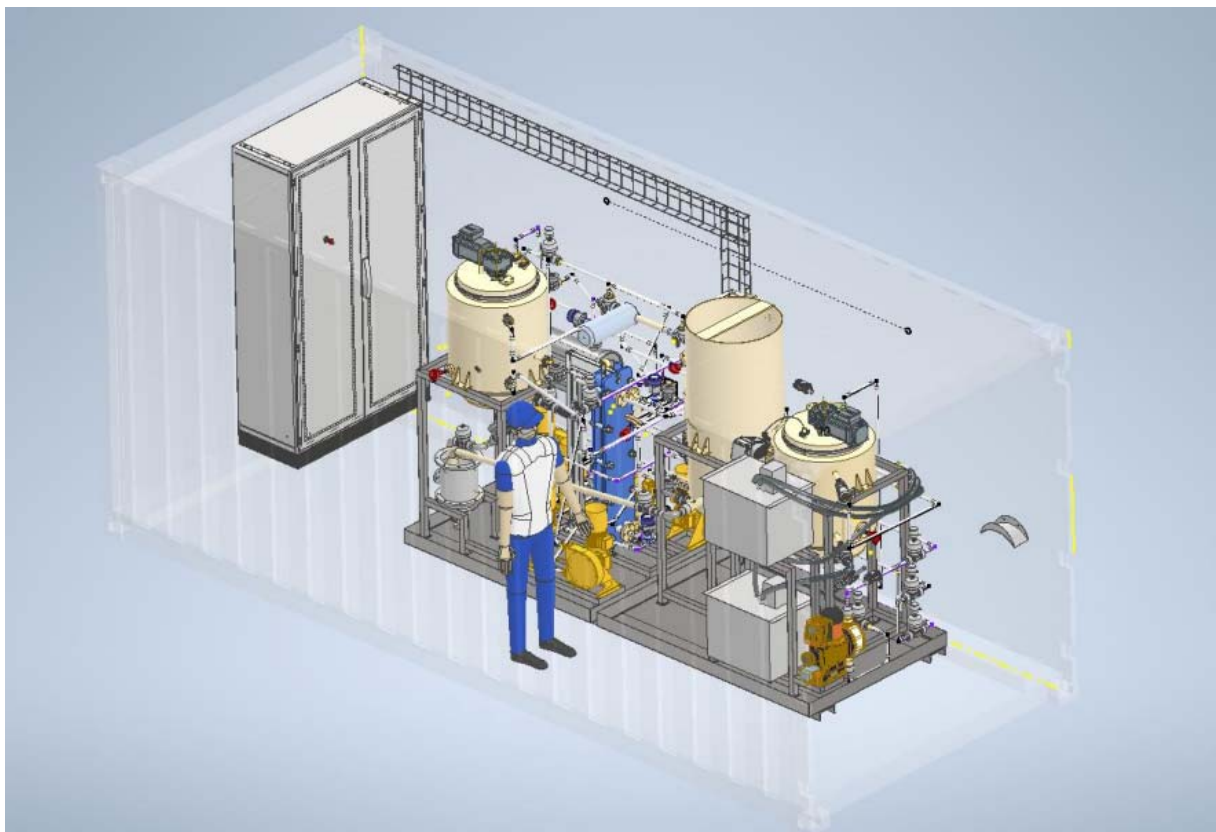


Figure 8 : Illustration 3D pilote TMCS taille semi-industrielle



Figure 9 : Livraison du pilote DESIGN. S. Dubos, E. Mengelle et I. Gonzalez Salgado (conception, réalisation et opération du pilote)

2.2.3. Tâche 2.3 : Essais sur effluents synthétiques

2.2.3.1. Essais sur effluents synthétiques : installation échelle laboratoire

L'extraction de l'azote ammoniacal dans le dispositif expérimental TMCS a été évaluée avec une solution synthétique de chlorure d'ammonium ($4,5 \text{ g N L}^{-1}$). L'impact sur le rendement d'extraction des conditions opératoires telles que l'influence du temps de séjour hydraulique et le pH de la solution acide a été évalué. Les résultats de ces essais et les méthodes analytiques pour la caractérisation des performances et des effluents ont été détaillés dans le livrable L2.1-2 « Prototype de laboratoire de séparation par chimiosorption transmembranaire (TMCS) et conditions de fonctionnement optimales pour l'extraction de l'ammoniac et l'obtention d'une solution de sel d'ammonium ».

2.2.3.2. Essais sur effluents synthétiques : installation échelle pilote

Les expériences avec une solution de NH_4Cl ont été menées dans l'installation pilote avec la configuration illustrée dans la Figure 10. La solution de NH_4Cl est pompée vers le réacteur 1, où une solution de NaOH 30 % (w/w) est alimentée pour augmenter le pH à une valeur supérieur au 12. Ensuite, l'effluent passe à travers l'échangeur de chaleur et du préfiltre de $5 \mu\text{m}$ pour rentrer dans le module membranaire à l'extérieur des fibres. La solution d'acide sulfurique dilué ($0,03 - 0,04 \text{ M}$) est préparée dans le réacteur 2 et pompée à l'intérieur des fibres du module membranaire. L'acide sulfurique doit être en excès dans la solution pour assurer la réaction avec le NH_3 transféré. La température des expériences était de $24 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$, la concentration d'azote ammoniacal total (TAN, *Total Ammonia Nitrogen*) de l'effluent synthétique était de $0,9 - 1,1 \text{ g N L}^{-1}$ et la charge hydraulique varie entre $0,5$ et $3,3 \text{ L m}^{-2} \text{ h}^{-1}$.

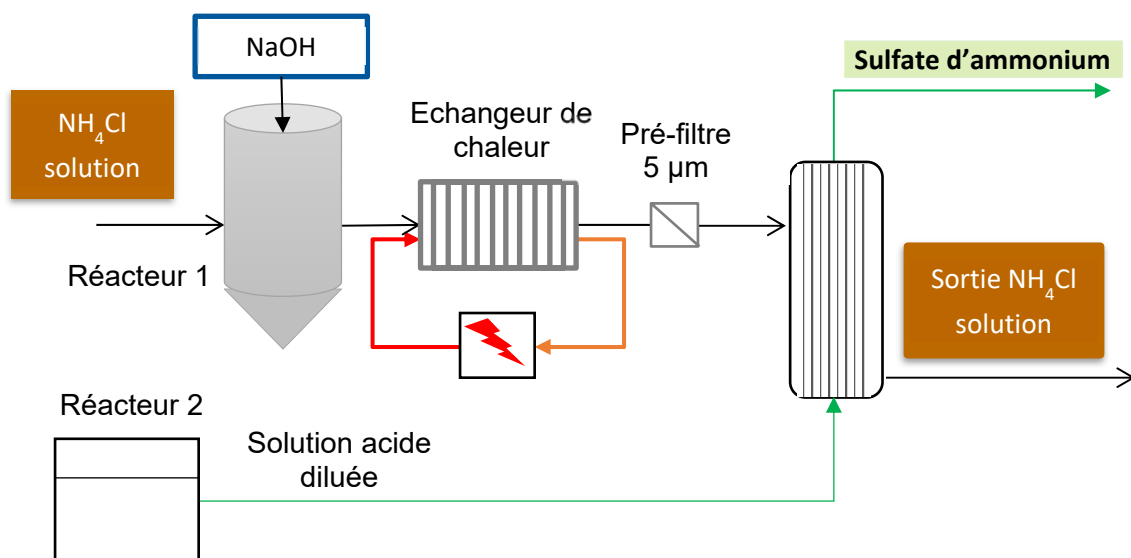
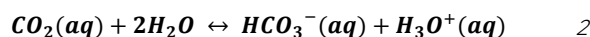
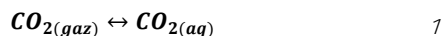


Figure 10. Schéma de l'installation pilote pour la réalisation des expériences avec l'effluent synthétique

2.2.4. Tâche 2.4 : essais sur des effluents issus de la filière de fractionnement de digestats : perméat NF et rétentat OI

L'évaluation de l'extraction de l'azote ammoniacal dans le perméat de la nanofiltration (NF) et le rétentat de l'osmose inverse (OI) provenant du lot 1 a été réalisée dans le dispositif expérimental TMCS échelle laboratoire. L'impact du temps de rétention hydraulique de l'effluent sur le rendement d'extraction a été évalué sur le rétentat OI et comparé aux expériences sur les effluents synthétiques. Le coefficient de transfert de l'ammoniac et la vitesse de transfert de l'ammoniac par mètre carré de membrane ont été systématiquement calculés. Ces résultats et les méthodes analytiques ont été détaillés dans le livrable L2.1-2 « Prototype de laboratoire de séparation par chimio-sorption transmembranaire (TMCS) et conditions de fonctionnement optimales pour l'extraction de l'ammoniac et l'obtention d'une solution de sel d'ammonium ».

La température et pH de l'effluent sont les paramètres clés dans le procédé TMCS. Nous avons évalué dans le perméat de NF l'impact de ces deux paramètres et les besoins de réactif basique pour ajuster au pH souhaité. Le milieu est très tamponné dans les deux effluents, ce qui représente des besoins de réactif très importants. Avec l'objectif de minimiser la consommation de réactif basique pour l'augmentation du pH, nous avons étudié le stripping de CO₂ par aération, comme un prétraitement de l'effluent avant le TMCS. L'aération permet le stripping du CO₂ dissous et donc d'augmenter le pH en déplaçant l'équilibre (2) vers la gauche.



Les expériences concernant le stripping du CO₂ ont été menées avec le rétentat d'osmose inverse dans un dispositif de laboratoire composé par une colonne de 1 mètre de hauteur et 0,14 mètre de diamètre équipée avec agitation, aération, sonde de pH et CO₂ dissous. L'effet de la température et du débit d'aération a été évalué à 20 °C et 38 °C, 35 et 95 vvh dans des essais en batch. Les teneurs en carbone inorganique et azote ammoniacal ont été mesurées au cours de l'expérience.

Des expériences préliminaires avec le perméat de NF ont été menés dans l'unité échelle pilote, correspondant au même mode de fonctionnement décrit dans « 2.2.3.2 Essais batch sur effluents synthétiques : installation échelle pilote ». Le perméat NF est pompé vers le réacteur 1, où une solution de NaOH 30 % (w/w) est alimentée pour augmenter le pH à une valeur de 11. Ensuite, l'effluent passe à travers l'échangeur de chaleur et du préfiltre de 5 µm pour rentrer dans le module membranaire à l'extérieur des fibres. La solution d'acide sulfurique dilué (0,03 – 0,04 M) est préparée dans le réacteur 2 et pompée à l'intérieur des fibres du module membranaire. L'acide sulfurique doit être en excès dans la solution pour assurer la réaction avec le NH₃ transféré. La température des expériences est de 19 ± 1 °C, la concentration d'azote ammoniacal total de l'effluent synthétique est de 1,6 – 1,7 gN L⁻¹ et la charge hydraulique est de 1,07 et 1,20 L m⁻²h⁻¹.

2.3. Lot 3 : « production et qualification de fertilisants renouvelables »

Une recherche bibliographique sur la réglementation de la mise sur le marché des matières fertilisantes sur le territoire français dans le cadre du projet OMIX a été réalisée. Cette étude présente dans un premier temps les grandes lignes de la réglementation permettant la mise sur le marché des matières fertilisantes en France. La réglementation en vigueur concernant la mise sur le marché de produits du même type que ceux issus du projet de recherche OMIX pour une valorisation agricole est également discutée. Enfin, le travail s'attache à détailler, pour chacun des produits issus du projet de recherche OMIX, la ou les voie(s) de mise sur le marché possible(s) pour une valorisation agricole.

2.4. Lot 5 : « modélisation et supervision de l'installation »

Un premier modèle de l'installation du TMCS a été développé avec deux approches : modèle de l'installation TMCS avec l'utilisation du logiciel AQUASIM, réalisé au sein du TBI, et un modèle de contrôle/commande développé en MATLAB/SIMULINK en collaboration avec le laboratoire LAAS-CNRS avec un stage de 3 mois (mi-juin-septembre 2020). Le stage a été effectué par Larbi Omari (étudiant INSA) sous la supervision d'Isabelle Queinnec (LAAS) et de TBI.

La figure suivante représente le schéma du modèle avec plusieurs compartiments en série représentant dans l'espace le module membranaire. Le transfert est géré par un coefficient global de transfert (KL) et une surface spécifique d'échange de la membrane. Un débit d'acide sulfurique (Q_{acide_in}) permet de maintenir le pH dans la solution de récupération de l'ammonium et un débit de recirculation de l'acide/solution sulfate d'ammonium (Q_{rec}) permet l'homogénéisation de la zone de récupération de l'ammonium. Le modèle a aussi un ajout potentiel de soude pour remonter le pH si nécessaire (Q_{soude_in}).

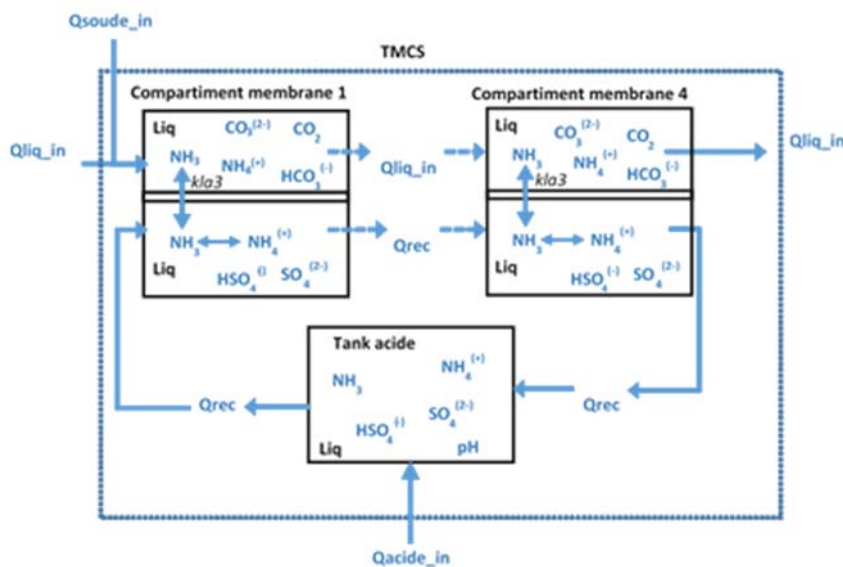


Figure 11 : Schéma du modèle TMCS

Le système illustré dans la Figure 11 est implémenté en AQUASIM sans la partie recirculation acide (l'acide entrant sort du système sans recirculation et donc le « tank acid » n'est pas implanté). Nous avons comparé le modèle avec les données d'analyse de performances avec l'effluent synthétique. Pour cela, nous calculons d'abord le nombre de « compartiments membranes » nécessaires en utilisant les KL expérimentaux. Puis, nous comparons les modèles avec un KL moyen des résultats expérimentaux et avec un KL issu d'une corrélation avec la vitesse de passage de l'effluent. Cette corrélation a été calculée à partir des données expérimentales de l'effluent synthétique.

2.4.1. Contrôle / commande MATLAB et SIMULINK

Le modèle illustré dans la figure 8 a été implémenté en MATLAB avec une boucle de régulation dans le compartiment « Tank acid » qui régule le pH acide à 2,5 avec l'ajout d'acide concentré (Q_{acide_in}). Pour cela, un correcteur proportionnel a été ajouté, le gain du correcteur a été ajusté progressivement après plusieurs essais.

Afin d'optimiser les conditions opératoires de prétraitement (couple température/pH), ce modèle nous a permis d'évaluer :

- Les couples température et pH en fonction du débit pour atteindre un rendement d'extraction de l'azote ammoniacal fixé.
- L'évolution du rendement maximal d'extraction de l'azote ammoniacal en fonction du débit.
- Les couples température et pH en fonction du rendement d'extraction de l'azote ammoniacal pour un débit fixé.

A ce stade, une limite de ce modèle est qu'il ne prend pas en compte l'effet de la température sur le coefficient de diffusion du NH₃, mais uniquement sur les constantes d'équilibres. Il faudra évaluer par la suite si cet effet doit être intégré pour avoir plus de précision.

3. Principaux résultats

3.1. Lot 1 : production d'eau pour l'irrigation à partir du digestat destinée à l'agriculture biologique

De nombreux verrous technologiques étaient à lever à l'amorce du projet OMIX. Parmi ceux-ci, les points suivants restaient à l'état de questionnement :

- Est-ce que la mise en œuvre nouvelle de procédés membranaires à faible consommation d'énergie permet d'atteindre une qualité d'eau utilisable en irrigation à des coûts énergétique et économique viables ?
- Quelle sont les capacités d'extraction de l'azote par chimio-sorption sur des rétentats de procédés membranaires issus du fractionnement d'un digestat ?
- La nature et la variabilité des produits générés par la filière de fractionnement du digestat sont-elles compatibles avec les utilisations ou les transformations ou formulations finales ?

3.1.1. Tâche 1.1 : essais pilotes du fractionnement membranaire de digestat

Les premiers travaux expérimentaux sur le projet OMIX ont débuté courant 2017 sur le site de méthanisation de CLER VERTS à Bélesta-en-Lauragais. Ils ont permis d'obtenir des premières indications sur les caractéristiques du digestat à fractionner sur le site de CLER VERTS, sur les caractéristiques des fractions produites et sur les bilans hydrauliques afin de répondre aux enjeux du lot 1 du projet OMIX. Les fractions sont obtenues via deux pilotes de fractionnement membranaires de capacités différentes qui permettent d'obtenir les données nécessaires au dimensionnement de l'unité industrielle. Trois campagnes d'essais ont été menées à partir de deux pilotes de fractionnement membranaire réalisés par la société NEREUS d'une capacité de 0,5 m³/h, « FERTIGAZ » et d'une capacité de 1,5 m³/h, « MOBILIS ».

3.1.1.1. Description des pilotes

3.1.1.1.1. Pilote FERTIGAZ

L'unité FERTIGAZ, présentée sur la Figure 9a, a été réalisée en 2016. Il s'agit d'une installation mobile qui constitue un outil de dimensionnement et de design pour les installations industrielles futures. Elle est composée des éléments suivants :

- D'une pompe d'alimentation péristaltique d'une capacité maximale de 500 L/h pour le produit client,
- D'une presse à vis déportée, équipée d'un tamis de 500 µm,
- D'une instrumentation complète (débitmètres, conductimètres, température, pression, pH),
- De vannes de régulation sur les sorties rétentats,
- D'un module membranaire équipé de disques céramique de 5 nm,
- D'une osmose inverse à 2 étages en série équipée de membranes TORAY TML20D-400 et TM720D-440 à faible pression (<16 bars),
- D'un module autonome de génération d'air comprimé filtré,
- D'un module autonome d'adoucissement d'eau,
- D'échangeurs thermiques permettant de réguler la température des différents effluents,



Figure 12 : Illustrations du pilote a) FERTIGAZ et b) MOBILIS

3.1.1.1.2. Pilote MOBILIS

L'unité MOBILIS, présentée sur la Figure 9b, a été réalisée en 2015. Comme pour l'unité FERTIGAZ, il s'agit d'une installation mobile constituant un outil de dimensionnement et de design pour les installations industrielles futures. Ce pilote a connu des évolutions au cours de l'année 2017 et a donc fonctionné avec des configurations différentes. La configuration présentée ci-dessous correspond à la dernière version réalisée. Elle est composée des éléments suivants :

- D'une pompe d'alimentation péristaltique d'une capacité maximale de 1500 L/h pour le produit client,
- D'une presse à vis, équipée d'un tamis de 300 μm ,
- D'une instrumentation complète (débitmètres, conductimètres, température, pression, pH),
- De vannes de régulation sur les sorties rétentats,
- De deux modules membranaires équipés de 72 m^2 de surface membranaire à partir de disques céramiques de 5 nm,
- D'une osmose inverse à 2 étages en série équipée de membranes TORAY TML20D-400 et TM720D-440 à faible pression (< 16 bars),
- D'un module autonome de génération d'air comprimé filtré,
- D'un module autonome de génération d'électricité,
- D'un module autonome d'adoucissement d'eau,
- D'un module autonome de nettoyage eau/produits chimiques en place (NEP),
- D'une armoire de contrôle/commande permettant la communication à distance, et l'enregistrement des données,
- D'une chaudière permettant de chauffer le produit entrant,
- D'échangeurs thermiques permettant de réguler la température des différents effluents
-

3.1.1.1.3. Caractéristiques des membranes sur les pilotes

- Membranes de nanofiltration :

N°	Lettre	Diamètre extérieur (mm)	Diamètre intérieur (mm)	Epaisseur (mm)	Surface filtrante par disque (m^2)	Seuil de coupure	de	Matériau
9	F	374	91	6	0,20	5 nm		Al_2O_3 / TiO_2

Tableau 2 Caractéristiques techniques des membranes de nanofiltration

- Membranes d'osmose inverse :

N°	Lettre	Diamètre extérieur (")	Largeur (")	Spacer (mm)	Surface filtrante par membrane (m ²)	Rétention Sel (%)	Matériau	Type
1 ^{er} étage	TML20D-400	8	40	34	37	99,8	Polyamide	Brackish water
2 nd étage	TM720D-440	8	40	28	41	99,8	Polyamide	Brackish water

Tableau 3 Caractéristiques techniques des membranes d'osmose inverse

3.1.1.4. Méthode de caractérisation

Les campagnes de caractérisations ont consisté à réaliser des prélèvements sur l'ensemble de la filière suivant des conditions opératoires données afin de déterminer les performances hydrauliques et de rétention. La Figure 13 illustre un exemple de points de prélèvements sur la filière de fractionnement du pilote MOBILIS.

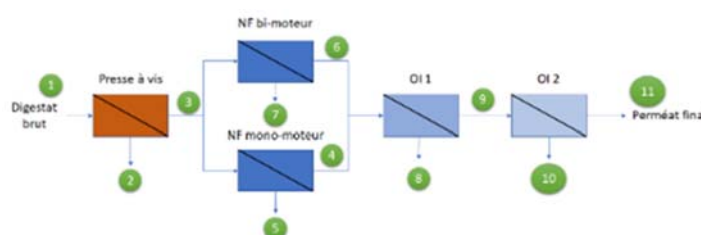


Figure 13 : Schéma de la filière MOBILIS avec les points de prélèvements (NF : nanofiltration, OI : osmose inverse)

Le laboratoire TBI (UMR INSA, CNRS, INRAE) a réalisé la caractérisation des échantillons prélevés grâce aux outils analytiques dont ils disposent dans leur laboratoire. Les paramètres analysés au travers des différentes campagnes sont présentés dans le Tableau 4.

Tableau 4 Paramètres analysés par TBI sur les campagnes de prélèvements

pH					
Conductivité (mS/cm)					
Matières sèches (g/L)					
Matière organique (g/L)		Matière minérale (g/L)			
Viscosité					
Densité (g/mL)					
Acides gras volatils (mg/L)					
Acétate (mg/L)		Propionate (mg/L)	Isobutyrate/Butyrate (mg/L)	Isovalérate/valérate (mg/L)	
Composition ionique (mg/L)					
Anions	Cl ⁻	N-NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	P-PO ₄ ³⁻	
Cations	Na ⁺	N-NH ₄ ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺

3.1.1.2. Résultats des essais pilotes

3.1.1.2.1. Les campagnes d'essais pilotes

Courant 2017, trois campagnes d'essais sur pilotes de fractionnement ont été réalisées sur le site de CLER VERTS : en mars 2017, en juin 2017 et en septembre-décembre 2017. La durée des essais a été d'un mois pour les deux premières, et la troisième de 3 mois incluant les phases de raccordement, mis en route et exploitation.

Les essais réalisés ont permis de comparer différentes configurations de la filière et d'obtenir les premières caractéristiques sur la composition des différentes fractions obtenues par la filière et les performances sur les capacités de filtration des membranes et leurs évolutions, ainsi que les taux d'extraction.

3.1.1.2.2. Composition du digestat à fractionner

Le produit à fractionner sur le site de méthanisation de CLER VERTS est une phase liquide issue de la presse à vis installée sur le site.

La Figure 11 présente les caractéristiques moyennes au cours des essais de 2017.

Les résultats montrent que le taux de Matières Sèches (MS) est de l'ordre de 5 % soit une présence d'environ 95 % d'eau. Ainsi, l'application de technologies pour l'extraction d'eau est entièrement pertinente.

Ces matières sèches sont composées à 67 % de matières organiques et 33 % de matières minérales. La grande partie des matières minérales sont des sels dissouts principalement sous forme monovalentes avec une présence majoritaire de chlorures (2 g/L), d'ammonium (3 g/L), de potassium (1,5 g/L) et de sodium (0,8 g/L). En parallèle, la conductivité est élevée avec une valeur d'environ 29 mS/cm.

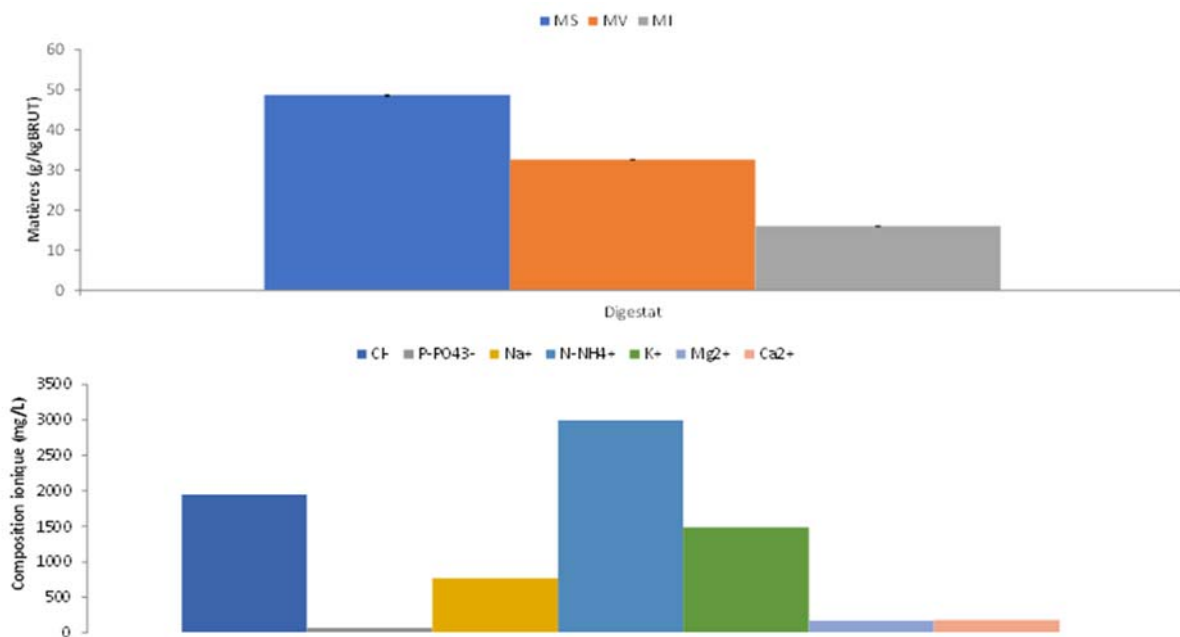


Figure 14 : Résultats des matières sèches et de la composition ionique moyennes de la phase liquide du digestat au cours de 2017

3.1.1.2.3. Performances des filières suivant les essais

- Clarification sur disques céramique

Les résultats des essais de filtration au cours de 2017 ont permis de montrer l'efficacité plus importante de la rétention pour les disques en céramique rotatifs possédant des tailles de pores de l'ordre du nanomètre. En effet, des disques avec un seuil de coupure de 5 nm ont été installés et ont permis d'obtenir des rétentions plus importantes que pour des distributions de taille de pores plus importantes, notamment pour les matières volatiles, retenues à 96 % contre 88 % avec des pores plus larges. Ainsi, une meilleure clarification a été obtenue sur le perméat de nanofiltration tout en conservant des flux de perméation hauts et de l'ordre de 5,5 L/(h.m².bar).

Ces résultats de perméation sont des valeurs moyennes au cours du fonctionnement et inclues les baisses dû aux colmatages. Sur la future unité industrielle, la programmation de lavages réguliers et adaptés permettra de maintenir des flux plus hauts.

L'étape de filtration sur disques de type céramique rotatifs n'a pas ou peu de capacité de rétention sur les sels dissouts qui composent une grande partie de la matière minérale. Il serait cependant intéressant d'étudier l'impact de l'interaction de la matière colloïdale sur la rétention des ions. Les facteurs de concentration volumiques obtenus sont relativement bas ce qui représente un point limitant de ces essais.

Par ailleurs, la concentration des matières volatiles restent également faibles, de l'ordre de 1,5. Elle est inférieure au facteur de concentration volumique. Ce comportement traduit qu'une partie de la matière volatile dissoute traverse la membrane, principalement sous forme d'Acides Gras Volatiles (AGV), et en particulier d'acétate avec une concentration de l'ordre de 2 g/L.

Il serait intéressant de suivre les matières en suspension au cours de cette première étape de filtration pour mieux quantifier l'impact sur ce type de matières.

En termes de température, les résultats ont montré qu'une valeur de 45 °C à 50 °C permet d'obtenir des performances optimales de filtrabilité du produit. L'effet de la température agit sur plusieurs paramètres et il reste difficile de pouvoir décrire les différents phénomènes. Cependant, nous pouvons faire l'hypothèse qu'une température augmentée permet de diminuer la viscosité du produit concentré dans le module de filtration impliquant une diminution du colmatage par réduction du pouvoir visqueux des matières colloïdales. Par ailleurs, une température plus élevée contribuerait également à réduire les phénomènes de précipitations des sels dissouts.

- **Affinage sur membranes d'osmose inverse**

L'étape d'osmose inverse est installée pour la rétention des éléments encore présents dans le perméat de nanofiltration, et en particulier les sels dissouts.

Les résultats des campagnes ont montré que les taux de rejet obtenus restent faibles. Ainsi, le perméat final contient encore des concentrations hautes en ions monovalents tels que le potassium (K+) et l'ammonium (NH4+). La conductivité confirme ces résultats. Le pH final est de l'ordre de 8,0, assez proche du digestat en entrée de filière.

3.1.1.2.4. Bilan filière

Les observations visuelles de chaque produit obtenu sur la filière montrent l'efficacité de rétention des matières en suspension et des matières dissoutes participant à la coloration de l'effluent. Les résultats ont été reproductibles pour chaque essai. La Figure 15 présente ces résultats.

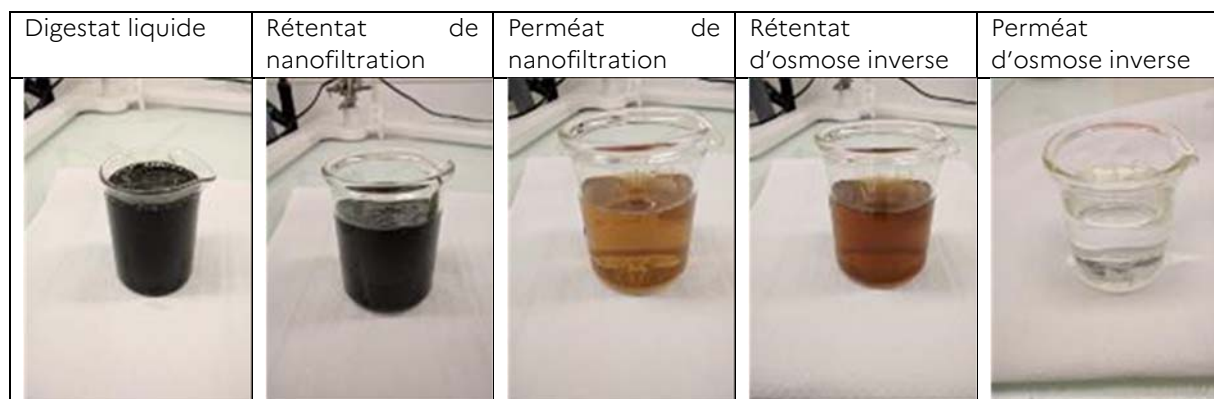


Figure 15 : Observations des produits obtenus sur la filière

Le taux d'extraction sur l'eau maximal atteint lors de ces essais est de 35 %, avec une qualité de perméat final incompatible avec les normes de rejet en milieu naturel.

La forte concentration en sels dissouts des digestats nécessite donc d'étudier des étapes unitaires supplémentaires pour extraire de façon spécifique des constituants, tels que l'azote.

Ainsi, le lot 2 du projet OMIX, notamment, apportera des solutions pour l'extraction de l'azote afin d'améliorer les résultats de la filière sur la qualité finale de l'eau.



Un paramètre d'optimisation des performances de l'unité d'extraction d'eau sera l'évaluation de l'ajout d'un réacteur de précipitation pour soutirer une partie de précipités (plutôt ciblés comme des carbonates de calcium ou de magnésium) afin de soulager l'osmose inverse.

Il est important de considérer que les filières testées ne comprennent pas, sur l'étape d'osmose inverse, d'ajout d'anti-scalant pour éviter la formation de précipités qui diminuent les performances hydrauliques et une acidification du milieu pour améliorer la rétention de l'ammonium.

3.1.2. Tâche 1.2 : suivi et analyse de l'installation industrielle – retour sur la phase de conception

Les travaux de la tâche 1.2 concerne la conception de l'unité de fractionnement membranaire par la société NEREUS. Les sections suivantes présentent les aspects techniques de la conception : plans, dimensionnement, conception en atelier, spécificités d'implantation.

La conception en atelier de l'unité a débuté en mai 2018, pour donner suite aux essais de fractionnement réalisés sur le site de CLER VERTS en décembre 2017 avec un pilote mobile d'une capacité de 2 m³/h sur la partie nanofiltration.

3.1.2.1. Production des documents techniques

Les documents techniques produits correspondent aux documents de conception et de fonctionnement de l'unité et aux documents d'implantation de celle-ci sur le site de méthanisation de CLER VERTS.

Il s'agit :

- Manuel d'utilisation de l'unité
- Procédure de maintenance
- PID et plans 3D
- Schéma d'implantation et de raccordement
- Attestation de conformité CE

Pour des raisons de confidentialité et de propriété industrielle, seuls des clichés du dispositif de fractionnement VALORDIG en cours de constructions dans les ateliers de NEREUS et le schéma d'implantation de celui-ci sur le site industriel sont présentés, respectivement sur les Figure 16 et Figure 17.



Figure 16 : VALORDIG en cours de finitions dans les ateliers de NEREUS a) vu depuis l'intrant et b) vu du côté du perméat final

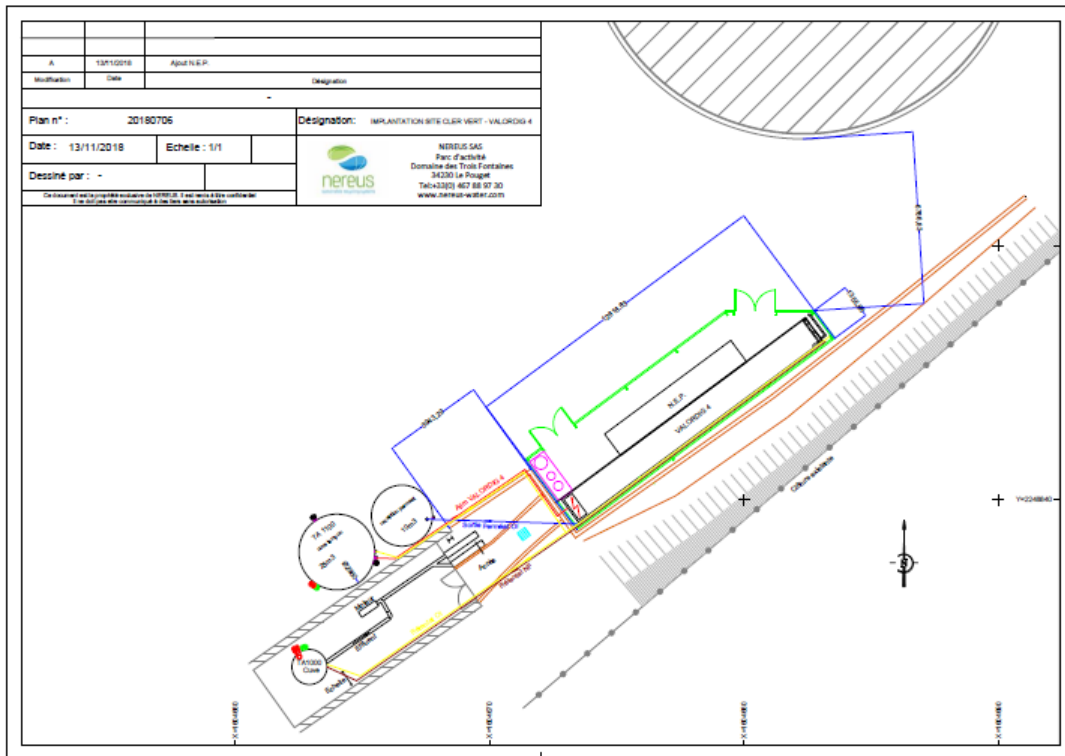


Figure 17 : Schéma d'implantation sur site à Bélesta-en-Lauragais

3.1.3. Tâche 1.3 : optimisation des paramètres pour répondre aux caractéristiques de l'arrêt du 25/06/2014

Faisant suite aux tâches présentées précédemment, le prototype de taille industrielle a été construit et installé en 2018 sur le site de méthanisation de CLER VERTS à Bélesta-en-Lauragais. Il a vu sa mise en service et la démonstration en continu de ses capacités et l'optimisation de ses performances dans l'année 2019.

Pour rappel, la filière de fractionnement de digestats de méthanisation, présentée sur la Figure 18, est composée d'une 1ère étape sur disques céramiques rotatifs présentant un seuil de coupure à 5 nm couplée à une 2nd étape sur double étage d'osmose inverse par membrane polymérique.



Figure 18 : Installation du dispositif de fractionnement du digestat VALORDIG sur site client



3.1.3.1. Analyses physico-chimiques des fractions

Différentes campagnes de caractérisation ont été entreprises sur une partie de la filière et dans des conditions opératoires préalablement définies afin de déterminer les performances de rétention du dispositif VALORDIG sur les éléments valorisables. Les différents points de prélèvements sont schématisés sur la Figure 19.

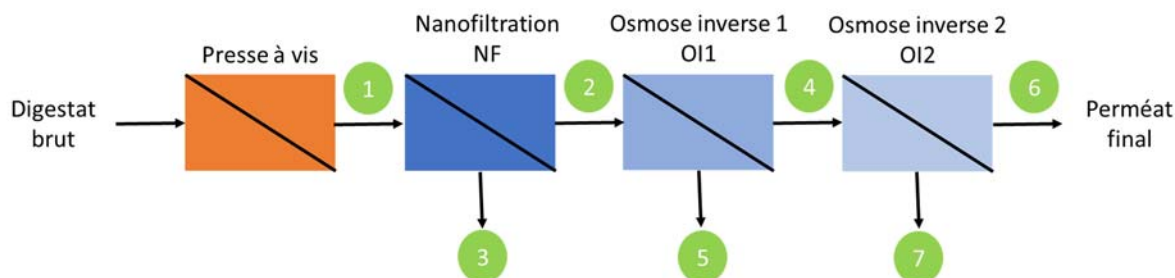


Figure 19 : Schéma de la filière VALORDIG en 3 étapes : Presse à vis, nanofiltration et osmose inverse

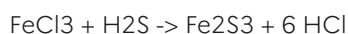
Les principales fractions d'intérêt analysées sont le digestat liquide (1), le perméat de nanofiltration (2), le rétentat de nanofiltration (3), les perméat et rétentat d'osmose inverse de premier étage respectivement (4) et (5) et enfin les perméat et rétentat d'osmose inverse de second étage, correspondant à l'étape d'affinage, respectivement (6) et (7).

Le tableau 5 compile l'ensemble des résultats analytiques obtenus sur les différentes fractions analysées pour les indicateurs reconnus comme pertinents dans le cadre de l'analyse de l'eau.

Les résultats des analyses effectuées lors de cette campagne de prélèvement montrent un digestat liquide présentant un taux de matières sèches de 6,36 % pour le centre de méthanisation de CLER VERTS. Ainsi, la quantité d'eau dans cet effluent est de l'ordre de 93 %, mettant en lumière la pertinence de l'application des technologies d'extraction d'eau sur digestats de méthanisation.

La matière sèche se décompose en deux fractions distinctes : une première, majoritaire, correspond à de la matière organique. La seconde correspond à des matières minérales, et majoritairement des sels dissous sous formes monovalentes avec la présence marquée de chlorures (6500 mg/L), d'ammonium (4500 mg/L) ou encore de potassium (>5000 mg/L). D'autre part, la forte conductivité électrique du digestat liquide (27,2 mS/cm) signe la forte teneur en minéraux dissous dans le digestat liquide.

Le taux de chlorure est aussi associé à l'ajout de chlorure ferrique dans le digesteur afin de réduire le taux de sulfure d'hydrogène dans le Biogaz.



Les disques céramiques utilisés lors de l'étape de nanofiltration présentent un seuil de coupure de 5 nm. Cela est suffisant pour retenir la matière en suspension. En effet, l'abattement est tel sur ces composés que leur taux après l'étape de clarification par membranes de nanofiltration est difficilement quantifiable. L'étape de filtration sur disques céramiques permet un abattement significatif de la demande chimique en oxygène (DCO) depuis une concentration de 82000 mg/L à 7400 mg/L respectivement dans le digestat liquide et dans le perméat de nanofiltration.

D'autre part, il apparaît qu'une distribution moyenne de taille de pores de 5 nm permette de retenir une partie de certains ions dissous en solution (chlorures), mais n'a que peu de capacité de rétention sur l'ammonium.

Peu de nitrates et de nitrites sont présents dans le digestat liquide, et l'étape de nanofiltration est suffisante pour en retenir une majorité. Il faut cependant attendre les étapes d'osmoses inverses pour obtenir un abattement encore plus important.

Les différents étages d'osmose inverse, qualifiés d'étapes d'affinage de l'effluent, permettent d'extraire une eau de qualité supérieure à ce qui est constaté avec une unique étape de filtration sur disques céramiques rotatifs en retenant les sels dissous présents dans le perméat de nanofiltration. Un abattement important de l'ensemble des sels dissous, des métaux et des matières organiques (DCO) est constaté à cette étape. Cependant, les taux de rejet obtenus restent relativement faibles et le perméat final contient encore de fortes concentrations en ions monovalents et notamment en ammonium (NH₄⁺). Ces résultats sont confirmés par la conductivité électrique importante dans le perméat final.

La Figure 20 permet de visualiser les différentes fractions obtenues par l'unité VALORDIG, depuis un effluent particulièrement chargé vers une eau purifiée de très faible turbidité. Cependant, ces résultats, bien qu'encourageants, ne permettent pas encore une utilisation du perméat final pour une utilisation en irrigation d'un site d'agriculture biologique selon les préconisations et normes actuelles.

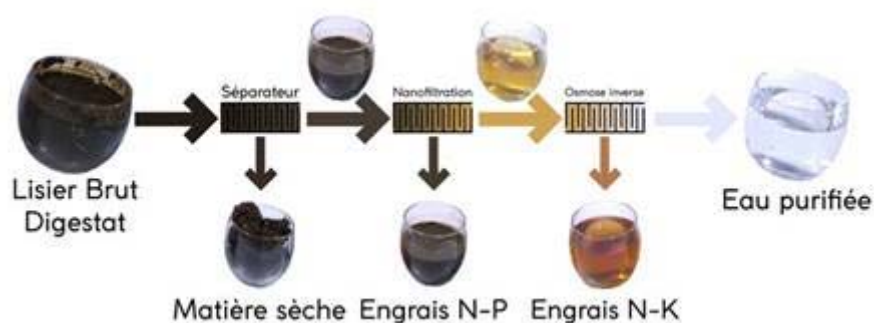


Figure 20 : Observations visuelles des fractions obtenues par la filière VALORDIG

Ces résultats sont toutefois à nuancer. En effet, l'année 2019 a vu les premiers véritables essais en continu de la filière de fractionnement membranaire des digestats de type VALORDIG. Un travail permanent d'optimisation des conditions de fonctionnement du dispositif ainsi qu'une meilleure compréhension des paramètres influençant ses performances ouvre la porte à l'amélioration perpétuelle de la qualité du perméat final, qui n'a eu de cesse que de progresser tout au long de l'année 2019.

Il est également à noter l'incertitude non négligeable dans les données présentées dans le Tableau 5. En effet, l'ensemble des mesures ont été effectuées en internes, en majorité par spectrophotométrie. Les faibles gammes de détection des kits utilisés obligent à diluer les fractions à analyser, introduisant potentiellement des erreurs significatives. De plus, l'unité de fractionnement du projet OMIX est un site pilote permettant d'optimiser les performances de la filière. On notera également la variabilité importante des intrants dans le méthaniseur. Il est ainsi difficile d'effectuer les prélèvements sur une unité dont les paramètres sont stables dans le temps.

Pour remédier à ces biais de mesure, des protocoles de prélèvement de fractions plus stricts ont été mis en place en 2020. En outre, les analyses sont réalisées de manière plus fréquente, notamment par des prestataires extérieurs accrédités COFRAC. Une partie de ces résultats analytiques sont présentés dans le Tableau 6.

Par ailleurs, la filière de fractionnement du digestat de méthanisation est dotée d'une interface homme-machine (IHM) et d'une série de capteurs qui analysent en temps réel les performances du prototype en fonctionnement. Le retour d'information permet un ajustement permanent afin d'optimiser les performances hydrauliques de la machine, desquelles peut dépendre la qualité du perméat final.

Lors des premiers mois de fonctionnement du dispositif de fractionnement VALORDIG sur le site de CLER VERTS, facteur de concentration volumique (FCV) moyen lors de l'étape de nanofiltration était relativement faible, et égal à 1,5 pour un débit d'alimentation de l'ordre de 2000 L.h⁻¹.

Les flux de perméation mesurés lors de l'étape de nanofiltration peuvent être élevés et de l'ordre de 5,5 L/(h.m².bar). Ces flux sont maintenus élevés par la mise en rotation des disques qui permet entre autres de limiter les phénomènes de colmatage. Par ailleurs, des procédures de lavages optimisées permettent de maintenir des flux de perméation élevés sur de longues périodes de fonctionnement. L'utilisation d'acide nitrique, de soude et de Membrane® permet de recouvrir les performances des membranes. Il est toutefois à noter que l'absence de branchement de l'unité VALORDIG sur le réseau d'eau chaude nécessite des nettoyages plus longs pour des résultats équivalents.

Des facteurs de concentration volumiques moyens de 2,3 et 3,8 pour les étapes d'osmose inverse de premier et second étage, respectivement, sont imposés.

Un outil de suivi des données en fonctionnement de l'unité VALORDIG est en cours de développement et sera disponible en 2020. Il permettra une meilleure analyse des principaux paramètres sur lesquels nous pouvons jouer afin d'optimiser les performances de la filière de fractionnement.

Tableau 5 Données expérimentales sur les différentes fractions d'intérêt sur CLER VERTS : prélèvements le 27 novembre 2019

Analyses	Unités	Digestat liquide	Perméat NF	Rétenta t NF	Perméat OI1	Rétentat OI1	Perméat OI2	Rétentat OI2
Analyses physico-chimiques								
Température du produit	°C	34	32	31	24	25	25	23
Conductivité	mS/cm	27,2	35,8	24,3	18	37,2	17,2	35,6
Température de mesure cD	°C	18,5	17,8	18,1	16,3	17	17	15,1
pH		8,0	7,89	8,12	7,89	7,86	8,07	8,05
Température de mesure pH	°C	25	21	23	19	18	18	18
Viscosité	mPas	936	-	2790	-	-	-	-
Température de mesure de viscosité	°C	16,6	-	17,2	-	-	-	-
DCO	mg/L O ₂	82 000	7 400	84 600	3 220	12 560	1 530	6 700
MS	%	6,36		7,64				
Forme de l'azote								
Azote total	mg/L N	130	10	460	< 0,5	17	< 2,5	7
Nitrates	mg/L NO ₃ ⁻	130	12	640	3	16	< 1,5	6
Nitrites	mg/L NO ₂ ⁻	20	< 2	50	1,0	< 1,0	< 0,5	< 1,0
Ortho phosphates	mg/L PO ₄ ³⁻	62 200	< 400	10 000	< 400	3 380	< 400	< 400
Substances ioniques								
Ammonium	mg/L NH ₄ ⁺	4 500	4 200	8 300	430	720	405	730
Chlorure	mg/L Cl ⁻	6 500	3 640	19 900	1 800	> 2 000	> 1 000	
Sulfate	mg/L SO ₄ ²⁻	13 100	< 400	> 200	< 200	< 200	< 100	< 200
Potassium	mg/L K ⁺	> 5 000	> 1 000	> 5 000	> 2 000	> 2 000	> 1 000	> 2 000
Métaux								
Manganèse	mg/L Mn	420	< 4	> 200	< 4	5	< 0,5	2
Cadmium	mg/L Cd	> 200	16,2	> 200	7,5	6,8	< 1,5	6
Fer	mg/L Fe	140	< 2		< 2	1,5	< 1,0	< 1,0

Tableau 6 Données expérimentales sur les différentes fractions d'intérêt sur CLER VERTS : prélèvements en mars et avril 2020 / COFRAQ

Analyses	Unités	Digestat liquide 0903	Digestat liquide 0409	Perméat OI2 0903	Perméat OI2 0409
Analyses physico-chimiques					
Conductivité	mS/cm	7,43	7,08	16,84	20,9
Température de mesure cD	°C	25,0	25,0	25,0	25,0
pH		8,0	8,1	8,2	8,0
Température de mesure pH	°C	18,6	20,4	19,2	19,3
DCO	mg/L O ₂	2 780	3 270	248	1 118
MS	%	4,3	5,3	-	-
COT	mg/l	2 300	2 454	93	180
Forme de l'azote					
Azote total	mg/L N	2 125	4 494	2 049,09	2 538,23
Azote Kjeldahl	mg/L N	2 125	4 494	2 049	2 533
Nitrates	mg/L NO ₃ ⁻	<5	<5	<1,0	23
Nitrites	mg/L NO ₂ ⁻	<0,5	<0,5	0,28	0,11
Ortho phosphates	mg/L PO ₄ ³⁻	219,0	150,8	23,9	9,3
Substances ioniques					
Ammonium	mg/L NH ₄ ⁺	-	-	2 558	3 180
Chlorure	mg/L Cl ⁻	18 100	-	1171	1 520
Sulfate	mg/L SO ₄ ²⁻	<10	10	<10	< 2
Potassium	mg/L K ⁺	1 665,0	1 588,2	-	945
Métaux					
Manganèse	mg/L Mn	0,89	1,05	-	0,006
Cadmium	mg/L Cd	<0,005	<0,005	-	<0,001
Fer	mg/L Fe	28,0	45,0	-	0,226

La qualité de l'eau extraite reste encore en dehors des normes pour une utilisation en agriculture biologique. Les fortes concentrations en sels dissous et en azote ammoniacal sont problématiques. De nombreux programmes de R&D internes ont été au sein de NEREUS pour conduire à une eau de meilleure qualité. Par ailleurs, l'augmentation des paramètres hydrauliques est également une voie d'amélioration continue, avec une augmentation nette des facteurs de concentration volumique sur l'étape de nanofiltration via l'utilisation d'une surface membranaire et d'une pression transmembranaire plus importantes. Par ailleurs, la forte concentration en sels dissous en solution dans le perméat final pourrait être drastiquement réduite par l'application de procédés de cristallisation prévue dans le lot 3. De plus, plusieurs solutions sont envisagées afin de réduire les concentrations en ammonium dans le perméat d'osmose inverse de second étage. La forme NH_4^+ est majoritaire à un pH modéré ($\text{pKa } \text{NH}_4^+ / \text{NH}_3 = 9,25$ à 20 °C). Elle est également mieux retenue par les membranes d'osmose que la forme NH_3 . Des tests d'acidification des intrants d'osmose inverse sont donc en cours afin de maximiser la forme NH_4^+ vers une concentration plus efficace dans les rétentats d'osmose de l'azote ammoniacal.

En outre, la réduction des concentrations en azote ammoniacal peut passer par l'extraction de l'ammoniac (NH_3) par chimio-sorption transmembranaire (TMCS) et sa concentration en solution acide sous forme de sulfate d'ammonium potentiellement valorisable. Cette étude est l'objet du lot 2 du projet OMIX, dont les principaux résultats seront présentés dans ce document.

3.1.4. Tâche 1.4 : demande d'autorisation d'utilisation de l'eau produite pour irrigation en agriculture biologique

Les travaux de la tâche 1.4 concernent les procédures à réaliser pour aller vers une autorisation d'utilisation de l'eau produite en irrigation sur une agriculture de type agriculture biologique. Il est bien entendu que la demande d'autorisation en question dans cette tâche ne pourra être effectuée dans sa globalité que lorsque l'eau extraite des digestats permettra sa réutilisation selon les normes en vigueur. Cette partie comprend une étude bibliographique afin de mettre en avant le contexte et notamment les aspects manquants ou bloquants de la réglementation sur ce type de réutilisation de l'eau traitée. Elle comprendra également une synthèse des démarches administratives à réaliser pour obtenir une dérogation sur la réutilisation de l'eau suivant la réglementation existante. Pour rappel, l'objectif du lot 1 du projet OMIX est de produire une eau à partir du digestat du site de CLERVERTS pouvant répondre aux caractéristiques de l'arrêté du 25 juin 2014 qui alimentera la phase de reminéralisation naturelle de cette eau (Lot 4). A l'heure actuelle, cet arrêté est la seule base réglementaire existante pour l'usage d'eaux traitées en irrigation. Cependant, le cas de figure rencontré dans le projet OMIX n'a pas de réglementation spécifique, c'est-à-dire pour des eaux recyclées issues de digestats et destinées à l'irrigation.

Ainsi les sections suivantes présentent l'ensemble du contexte réglementaire sur lequel nous pouvons nous appuyer à l'heure actuelle et les démarches entreprises auprès de France Expérimentation pour obtenir des dérogations de réalisations d'essais.

Les objectifs des prochaines sections sont de :

- Définir le contexte réglementaire par rapport à l'utilisation d'eaux traitées pour l'irrigation
- Développer les outils pour définir et assurer la qualité des eaux recyclées à atteindre
- Obtenir un accompagnement sur le développement d'un cadre réglementaire sur la réutilisation d'eaux recyclées issues des digestats

3.1.4.1. Contexte réglementaire

En février 2015, l'ANSES a émis un rapport sur l'analyse des risques sanitaires liés à la réutilisation d'eaux grises traitées (EGT) pour des usages domestiques.

Dans le cadre de notre dossier, ces préconisations peuvent servir de cadre global pour définir les étapes clés à réaliser afin de répondre au mieux aux exigences pour la réutilisation de l'eau en irrigation, en plus des obligations stipulées par l'arrêté du 02 août 2010.

L'instruction ministérielle du 26 avril 2016 rappelle le cadre réglementaire applicable à la réutilisation des eaux usées traitées pour l'irrigation de cultures ou d'espaces verts.

Enfin, à l'échelle européenne, la Commission Européenne a publié le 28 mai 2018, une proposition de règlement relatif à des exigences minimales pour la réutilisation de l'eau.

3.1.4.2. Préconisations spécifiques à la réutilisation des Eaux Grises Traitées

Suivant l'ANSES, « l'utilisation des eaux grises traitées consiste à récupérer et à collecter les eaux provenant des douches, baignoires, lavabos, lave-linge et éventuellement de la cuisine et à les utiliser après traitement. Les Eaux Grises présentent une contamination microbiologique et physico-chimique ». Les EGT sont des Eaux Grises (EG) ayant subi un traitement visant à réduire les teneurs en matières particulaires et organiques et/ou limiter la présence de micro-organismes pathogènes ou opportunistes. Le Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France (CSHPF 2006) a défini la notion d'« usages domestiques » de l'eau comme suit :

- Les usages alimentaires : boisson, préparation des aliments, lavage de la vaisselle
- Les usages liés à l'hygiène corporelle : lavabo, douche, bain, lavage du linge
- Les usages dans l'habitat (évacuation des excréta, lavage des sols, etc.) et usages connexes (arrosage des espaces verts, arrosage du potager, lavages des sols et des véhicules etc.)

Les procédés développés pour traiter les EG sont principalement inspirés de ceux utilisés pour le traitement des eaux usées. Quatre catégories de filières de traitement peuvent être identifiées, en fonction du procédé de traitement principal :

- Les systèmes à deux étages, comportant une étape de macrofiltration (de type filtre à sable, filtre planté de roseaux) et/ou une étape de lagunage, parfois complétées par une désinfection
- Les systèmes de traitements biologiques : filtres biologiques, boues activées
- La filtration membranaire : microfiltration, ultrafiltration, ou nanofiltration, éventuellement précédée d'un prétraitement
- Les procédés hybrides, combinant des procédés biologiques et membranaires (bioréacteur à membrane, bio-filtre aéré suivi d'une membrane etc.)
- En fonction de la nature du traitement principal, une étape de filtration grossière peut être proposée en amont, ainsi qu'une étape de désinfection en fin de traitement.

Les sources possibles de contamination des EGT proviennent :

- Des usages générant des EG (hygiène corporelle, nettoyage des sanitaires, le lavage des surfaces et le lavage du linge)
- De la filière de traitement, du transport et du stockage (sous-produits de désinfection, biofilms, relargage de matériaux, prolifération des bactéries, etc.)

La présence de dangers microbiologiques et chimiques dans les EG et EGT varient, notamment parce que les qualités chimiques et microbiologiques dépendent du comportement humain et des matières déversées dans les EG.

Une hiérarchisation des risques liés à la réutilisation des EGT a été réalisée pour le risque microbiologique. Les résultats répertoriés dans les Tableau 7 et Tableau 8.

Tableau 7 Indices de criticité des risques liés aux usages domestiques des eaux grises traitées déterminés à dire d'experts

Usages	Indice de criticité maximum par exposition		
	Ingestion	Inhalation	Cutanéo-muqueuse
Alimentation des chasses d'eau des toilettes	20	40	30
Lavage du linge avec rinçage par des EGT	24	16	48
Lavage du linge avec rinçage par EDCH	8	16	24
Lavage des sols à l'intérieur du bâtiment	16	16	36
Lavage des surfaces extérieures avec nettoyeur à haute pression	12	48	45
Lavage des surfaces extérieures sans nettoyeur à haute pression	12	12	27
Refroidissement d'air	10	60	15
Fontaine d'eau décorative	30	60	30
Hygiène corporelle	30	40	75

En gras : indice de la fontaine d'eau décorative servant de seuil pour chaque voie d'exposition

Cellule grisée : indice maximal strictement inférieur à celui de la fontaine d'eau décorative pour les expositions par inhalation et par ingestion (soit respectivement < 30 et < 60) et un indice maximal inférieur ou égal à celui des fontaines d'eau décorative pour la voie cutané-muqueuse (soit ≤ 30).

Tableau 8 Niveaux de risques liés à l'usage d'eaux grises traitées

Indice de criticité selon l'exposition			Niveau de criticité	Niveau de risque
Ingestion	Inhalation	Cutanéo-muqueux		
1	1	1	criticité nulle	risque nul
]1 ; 30[]1 ; 60[]1 ; 30]	criticité faible	risque faible
[30 ; 100]	[60 ; 100]]30 ; 100]	criticité très élevée	risque très élevé

Le contexte réglementaire sur la réutilisation des eaux usées traitées à évoluer en mai 2018, à l'échelle Européenne. En effet, une proposition de règlement du parlement européen et du conseil relatif aux exigences minimales requises pour la réutilisation de l'eau a été publié le 28 mai 2018.

3.1.4.3. Proposition aux exigences minimales requises pour la réutilisation de l'eau (2018/0169 COD)

L'objectif de la proposition est d'apporter un élément de solution au problème de la rareté de la ressource en eau dans l'ensemble de l'Union Européenne pour promouvoir les pratiques de réutilisation de l'eau et en particulier à des fins d'irrigation agricole. Le souhait est l'établissement d'exigences minimales harmonisées pour garantir des conditions égales pour tous ceux qui jouent un rôle actif dans la réutilisation de l'eau tout en prévenant les obstacles potentiels à la libre circulation des produits agricoles irrigués avec de l'eau récupérée, de garantir la protection de la santé humaine et de l'environnement et de renforcer ainsi la confiance du public dans la réutilisation de l'eau.

On estime que l'instrument proposé pourrait conduire à une réutilisation de l'eau à des fins d'irrigation agricole à hauteur de 6,6 milliards de m³ par an, contre 1,7 milliard de m³ si l'Union n'instaurait aucun cadre juridique en la matière. Une réutilisation de plus de 50 % du volume total d'eau théoriquement disponible pour l'irrigation provenant des stations d'épuration des eaux usées de l'Union permettrait de réduire de plus de 5 % les prélèvements directs d'eau superficielle ou souterraine et, partant, de plus de 5 % le stress hydrique global.

Les programmes de travail de la Commission Européenne pour 2017 et 2018 sont favorables pour promouvoir une économie circulaire. En effet, la Commission a élaboré un cadre législatif sur la réutilisation de l'eau.

Cohérence avec les dispositions existantes dans le domaine d'action

Deux instruments en vigueur dans l'Union mentionnent et encouragent la réutilisation de l'eau, sans toutefois préciser les conditions à cet égard. Il s'agit de :

- La directive-cadre sur l'eau (2000/60/CE) : son annexe VI, partie B, mentionne la réutilisation de l'eau comme étant une des mesures supplémentaires possibles
- La directive relative au traitement des eaux urbaines résiduaires (91/271/CEE) : son article 12 dispose, au titre des conditions applicables aux rejets d'eaux résiduaires, que « [l]es eaux usées traitées sont réutilisées lorsque cela se révèle approprié. Les itinéraires d'évacuation doivent réduire au maximum les effets négatifs sur l'environnement ».

Une action de l'Union se justifie également par le fait que l'application d'exigences différentes et changeantes d'un pays à l'autre constitue un obstacle à la création de conditions équitables pour les investissements dans l'innovation et la réutilisation de l'eau.

Un plan d'action de l'Union européenne en faveur de l'économie circulaire et l'analyse d'impact connexe ont fait de l'irrigation agricole la principale source potentielle de demande d'eau réutilisée. C'est pour cet usage que la réutilisation de l'eau a le plus de chances de se développer, d'atténuer le problème de la rareté de la ressource et d'être utile au niveau de l'Union européenne.

Bien que la réutilisation de l'eau soit certainement une option prometteuse pour de nombreux États membres, il convient de tenir compte du fait qu'à l'heure actuelle, seuls six États membres (Chypre, Grèce, Espagne, France, Italie et Portugal) ont établi des exigences en matière de réutilisation de l'eau (dans la législation ou dans des normes nationales non réglementaires).

Les résultats de l'évaluation ex post des consultations des parties intéressées et des analyses d'impact ont indiqué que les services de la Commission ont conclu qu'il fallait pouvoir compter sur d'autres solutions d'approvisionnement en eau ayant une faible incidence sur l'environnement » pour remédier au problème de la rareté de la ressource en eau.

La première consultation publique en ligne s'est déroulée du 30 juillet au 7 novembre 2014 et a totalisé 506 contributions. La deuxième consultation publique en ligne a été organisée du 28 octobre 2016 au 27 janvier 2017 et portait sur les options les plus détaillées pour établir des exigences minimales applicables à la réutilisation de l'eau à des fins d'irrigation et d'alimentation des nappes d'eau souterraines. Au total, 344 contributions ont été reçues. Lors de ces deux consultations, 60 % à 80 % de l'ensemble des répondants se sont montrés favorables à l'instauration d'un cadre réglementaire de l'Union. En outre, plus de 80 % des répondants à la première consultation publique en ligne ont estimé que l'application au niveau de l'Union de normes minimales juridiquement contraignantes constituait un moyen efficace pour s'assurer que les pratiques de réutilisation de l'eau ne portent pas atteinte à l'environnement et à la santé publique. Les répondants majoritairement favorables à l'adoption d'un règlement de l'Union sont, dans les deux cas, des représentants des entreprises privées des secteurs de l'assainissement, de l'eau potable, de l'industrie alimentaire et de l'environnement, et/ou des États membres du sud de l'Union. De plus, la réutilisation de l'eau est également perçue par un certain nombre de répondants comme un moyen d'accroître l'efficacité des ressources, d'encourager l'innovation et de contribuer à la fertilisation des sols, bien que ces avantages soient considérés comme plus modestes par rapport aux premiers. La majorité des répondants s'accordent sur l'innocuité de l'eau réutilisée par rapport à l'eau des rivières, près de 70 % des répondants estimant que l'eau réutilisée est tout aussi sûre. Les répondants des entreprises privées sont de loin ceux qui considèrent que l'eau réutilisée ne présente pas de danger, comparativement à ceux qui proviennent d'autres types d'organisations. Il convient toutefois de garder à l'esprit que ces répondants sont actifs à hauteur de 68 % dans les secteurs de la distribution d'eau potable et de l'assainissement.

Les documents qui ont servi de base à l'établissement de la proposition concernant les exigences minimales de qualité sont les suivants :

- Cadre réglementaire au niveau de l'Union en matière protection de la santé publique et de l'environnement
- Les législations et lignes directrices relatives à la réutilisation de l'eau mises en place par les États membres, ainsi que l'expérience de ces États dans les systèmes de réutilisation de l'eau
- Les lignes directrices et réglementations de référence mondiale sur la réutilisation de l'eau
Des références scientifiques supplémentaires jugées utiles en la matière

Le JRC a également présenté l'état d'avancement des travaux à l'occasion de plusieurs événements publics et réunions scientifiques. Ces présentations portaient entre autres sur les travaux du groupe de travail sur l'eau du Parlement européen, du groupe d'action d'EIP Water sur la réutilisation de l'eau, de la 11e conférence internationale de l'IWA sur la récupération et la réutilisation de l'eau ainsi que de l'action NEREUS (Opportunités et défis nouveaux et émergents dans la réutilisation des eaux usées) du programme de recherche européen intergouvernemental COST.

L'irrigation agricole est de loin la principale application de l'eau réutilisée dans le monde et en Europe ; c'est une utilisation importante de l'eau en Europe, qui représente globalement près d'un quart de l'eau douce prélevée. Environ 60 % des prélèvements d'eau douce en Europe du Sud et en Europe du Sud-Est sont utilisés à des fins d'irrigation, ce chiffre s'élevant à 80 % dans certains districts hydrographiques. Dans le cas d'un règlement de l'Union reposant sur une approche fondée sur l'« adaptation à l'usage prévu », les investissements nécessaires pour traiter les volumes d'eau disponibles se chiffrent à 38 EUR/(m³.jour), contre 271 EUR/(m³.jour) dans le cas d'un règlement reposant sur une approche « universelle ». Dans le cas d'une approche fondée sur l'« adaptation à l'usage prévu », un investissement de moins de 700 millions d'EUR permettrait de traiter chaque année plus de 6,6 milliards de m³ en restant au-dessous du même seuil de coût; le coût total de l'eau de récupération serait inférieur à 0,5 EUR/m³. L'annexe 2 présente le descriptif détaillé de la proposition de règlement. Cependant, ce règlement, étant donné l'article 1, indique que les eaux concernées sont les eaux urbaines résiduaires.

3.1.4.4. Critères clés

Dans le cadre d'un usage en irrigation de l'eau produite à partir des digestats, nous pouvons nous baser sur l'arrêté du 02 août 2010, modifié le 25 juin 2014, relatif à l'utilisation d'eaux issues du traitement d'épuration des eaux résiduaires urbaines pour l'irrigation de cultures ou d'espaces verts, mais également

sur la proposition de règlement relatif aux exigences minimales requises pour la réutilisation de l'eau du parlement Européen du 28 mai 2018 et des recommandations de l'ANSES.

Les critères importants pour établir le dossier de réutilisation de l'eau sont les suivants :

- Respecter la qualité sanitaire des eaux usées traitées suivant l'utilisation finale,
- Les canalisations des différents effluents doivent être bien séparées et réalisées de manière à éviter tout risque de contamination. À cet effet, il est conseillé de respecter les exigences de la norme NF EN 1717,
- Etablissement d'un contrat de maintenance et d'entretien sur l'unité de valorisation,
- Autosurveillance hebdomadaire de l'installation de recyclage (mesure en ligne de type turbidité...)
- Définition d'un guide des bonnes pratiques de l'installation de recyclage
- Qualification de la filière de traitement
- Etablir un plan de gestion des risques (stipulé également sur le règlement européen)
- Partage des données pour améliorer les connaissances

La qualité de l'eau produite dépend de l'usage, de distances à respecter vis-à-vis d'activités et de contraintes de terrain.

• **Arrêté du 02 août 2010**

Les eaux soumises à l'arrêté du 02 août 2010 sont :

- La réutilisation d'eaux usées traitées (REUT) pour l'irrigation ou l'arrosage lorsqu'il s'agit d'eaux usées traitées (EUT) issues de stations d'épuration visées au II de l'article L.2224-8 du code général des collectivités territoriales, à savoir des stations d'épuration des collectivités, traitant les eaux résiduaires urbaines,
- La réutilisation d'eaux usées traitées pour l'irrigation lorsqu'il s'agit d'eaux usées traitées issues des installations d'assainissement non collectif visées au III de l'article L.2224-8 du code général des collectivités territoriales et dont la charge brute de pollution organique journalière est supérieure à 20 équivalents-habitants (soit 1,2 kg de DBO5/j).

L'annexe III de l'arrêté du 02 août 2010, stipule ces critères et qui sont présentés ci-dessous :

Contraintes d'usage :

Tableau 9 Niveaux de qualité sanitaire des eaux usées traitées en fonction du type d'usage

TYPE D'USAGE	NIVEAU DE QUALITÉ SANITAIRE DES EAUX USÉES TRAITÉES			
	A	B	C	D
Cultures maraîchères, fruitières et légumières non transformées par un traitement thermique industriel adapté (excepté cressiculture (1))	+	-	-	-
Cultures maraîchères, fruitières, légumières transformées par un traitement thermique industriel adapté	+	+	-	-
Pâturage (2)	+	+(3)	-	-
Espaces verts ouverts au public (4)	+(5)	-	-	-
Fleurs vendues coupées	+	+(6)	-	-
Pépinières et arbustes et autres cultures florales	+	+	+(6)	-
Fourrage frais	+	+(3)	-	-
Autres cultures céréalières et fourragères	+	+	+(6)	-
Arboriculture fruitière	+	+(7)	+(8)	-
Taillis à courte rotation ou à très courte rotation, avec accès contrôlé du public	+	+	+(6)	+(6)
Forêt, hors taillis à courte rotation avec accès contrôlé du public	-	-	-	-

+ Autorisée, - : Interdite.

1) La réutilisation d'eaux usées traitées est interdite pour la cressiculture.

(2) En cas d'aspersion, les animaux ne doivent pas être au champ au moment de l'opération et les abreuvoirs, au cas où ils seraient arrosés, doivent être rincés avant utilisation.

(3) Sous réserve du respect d'un délai après irrigation de 10 jours en l'absence d'abattoir relié à la station de traitement des eaux usées et de 21 jours dans le cas contraire.

(4) On entend par espace vert, notamment : les aires d'autoroutes, cimetières, golfs, hippodromes, parcs, jardins publics, parties communes de lotissements, ronds-points et autres terre-pleins, squares, stades, etc.



- (5) Irrigation en dehors des heures d'ouverture au public, ou fermeture aux usagers pendant l'irrigation et deux heures suivant l'irrigation dans le cas d'espaces verts fermés ; irrigation pendant les heures de plus faible fréquentation et interdiction d'accès aux passants pendant l'irrigation et deux heures suivant l'irrigation dans le cas d'espaces verts ouverts de façon permanente.
- (6) Uniquement par irrigation localisée, telle que définie à l'article 2.
- (7) Interdite pendant la période allant de la floraison à la cueillette pour les fruits non transformés, sauf en cas d'irrigation au goutte à goutte.
- (8) Uniquement par goutte à goutte.

Dans le cas d'une culture sous serre, seule l'irrigation localisée, telle que définie à l'article 2, est autorisée, en cas de micro-aspersion l'entrée dans les serres est interdite au cours et une heure après l'arrosage.

Contraintes de distance :

Outre l'application des prescriptions techniques spécifiques à l'irrigation par aspersion d'eaux usées traitées prévues à l'annexe I, les distances minimales à respecter (en mètres) entre les parcelles irriguées par des eaux usées traitées et les activités à protéger figurent dans le tableau suivant :

Tableau 10 Contraintes de distance dans le cadre de l'utilisation des eaux usées traitées

NATURE DES ACTIVITÉS À PROTÉGER	NIVEAU DE QUALITÉ SANITAIRE DES EAUX USÉES TRAITÉES		
	A	B	C et D
Plan d'eau (1)	20 m	50 m	100 m
Bassin aquacole (à l'exception des coquillages filtreurs) Pisciculture y compris pêche de loisir	20 m	50 m	100 m
Conchyliculture Pêche à pied des coquillages filtreurs	50 m	200 m	300 m
Baignades et activités nautiques	50 m	100 m	200 m
Abreuvement du bétail	50 m	100 m	200 m
Cressiculture	50 m	200 m	300 m

(1) A l'exception du plan d'eau servant d'exutoire au rejet de la station de traitement des eaux usées et des plans d'eau privés où l'accès est réglementé et où aucune activité telle que baignade, sport nautique et aquatique, pêche ou abreuvement du bétail n'est pratiquée.

Contraintes de terrain

Dans le cas d'un terrain sans couvert végétal dont la pente est supérieure à 7 %, seule l'irrigation localisée, telle que définie à l'article 2, est autorisée.

L'irrigation par des eaux usées traitées de terrains saturés en eau est interdite de manière à éviter tout ruissellement d'eaux usées traitées hors du site.

En milieu karstique, l'irrigation n'est possible qu'avec des eaux de qualité A et B et seulement sur des terrains comportant un sol épais (un mètre minimum) avec un couvert végétal. En outre, si la pente de ces terrains excède 3 %, l'irrigation doit être localisée.

Niveaux de qualité sanitaire des eaux traitées

Le niveau de qualité à respecter est défini en fonction des critères précédents présentés.

Les quatre niveaux de qualité sanitaire des eaux usées traitées (A, B, C et D) sont définis comme suit :



Tableau 11 Seuils déterminés pour différents paramètres pour rentrer dans les quatre niveaux de qualité sanitaire des eaux usées traitées

PARAMÈTRES	NIVEAU DE QUALITÉ SANITAIRE DES EAUX USÉES TRAITÉES			
	A	B	C	D
Matières en suspension (mg/L)	< 15	Conforme à la réglementation des rejets d'eaux usées traitées pour l'exutoire de la station hors période d'irrigation		
Demande chimique en oxygène (mg/L)	< 60			
Escherichia coli (UFC/100mL)	≤ 250	≤ 10 000	≤ 100 000	-
Entérocoques fécaux (abattement en log)	≥ 4	≥ 3	≥ 2	≥ 2
Phages ARN F-spécifiques (abattement en log)	≥ 4	≥ 3	≥ 2	≥ 2
Spores de bactéries anaérobies sulfito-réductrices (abattement en log)	≥ 4	≥ 3	≥ 2	≥ 2

Les eaux usées traitées sont classées dans le niveau de qualité qui correspond au classement du paramètre le plus défavorable.

Les abattements sont mesurés entre les eaux brutes, en entrée de la station de traitement des eaux usées, et les eaux usées traitées, en sortie de la station de traitement des eaux usées ou de la filière de traitement complémentaire, le cas échéant.

Dans le cadre de notre projet, il peut être intéressant d'aller plus loin dans les paramètres suivis pour consolider le dossier. Nous pouvons nous appuyer sur les normes de rejets des eaux traitées au milieu naturel définies dans les arrêtés du 10 novembre 2009 et du 12 août 2010 spécifique aux sites de méthanisation ICPE (cf. annexe 8.2).

- Règlement relatif aux exigences minimales requises pour la réutilisation de l'eau
- Qualité de l'eau de récupération

Tableau 12 Adéquation entre le niveau de qualité de l'eau de récupération, la catégorie de culture et la méthode d'irrigation

Classe minimale de qualité de l'eau de récupération	Catégorie de cultures	Méthode d'irrigation
A	Toutes les cultures vivrières, y compris les plantes sarclées consommées crues et les cultures vivrières dont la partie comestible est en contact direct avec l'eau de récupération	Toutes les méthodes d'irrigation
B	Cultures vivrières consommées crues dont la partie comestible est cultivée en surface et n'est pas en contact direct avec l'eau de récupération, cultures vivrières transformées et cultures non vivrières, y compris cultures servant à l'alimentation des animaux producteurs de lait ou de viande	Toutes les méthodes d'irrigation
C	Cultures vivrières transformées et cultures non vivrières, y compris cultures servant à l'alimentation des animaux producteurs de lait ou de viande	Irrigation goutte-à-goutte* uniquement
D	Cultures industrielles, cultures énergétiques et cultures à semences	Toutes les méthodes d'irrigation

(*) L'irrigation goutte-à-goutte est un système de micro-irrigation permettant d'administrer des gouttes d'eau ou de petits filets d'eau aux plantes et consistant à laisser goutter l'eau sur le sol ou directement sous sa surface à un débit très faible (2-20 litres/heure) à partir d'un système de tuyaux en plastique de petit diamètre équipés de sorties appelées émetteurs ou goutteurs.



Tableau 13 Exigences de qualité applicables à l'eau de récupération destinée à l'irrigation

Classe de qualité de l'eau de récupération	Objectif technologique indicatif	Exigences de qualité			Turbidité (NUT)	Autre
		<i>E. coli</i> (ufc/100 ml)	DBO ₅ (mg/l)	STS (mg/l)		
A	Traitement secondaire, filtration et désinfection	≤ 10 ou inférieure à la limite de détection	≤ 10	≤ 10	≤ 5	<i>Legionella</i> spp.: < 1000 ufc/l lorsqu'il existe un risque de formation d'aérosols dans les serres Nématodes intestinaux (œufs d'helminthes): ≤ 1 œuf/l pour l'irrigation des pâturages ou des fourrages
B	Traitement secondaire et désinfection	≤ 100	Conformément à la directive 91/271/CEE ¹ (Annexe I, tableau 1)	Conformément à la directive 91/271/CEE (Annexe I, tableau 1)	-	
C	Traitement secondaire et désinfection	≤ 1 000			-	
D	Traitement secondaire et désinfection	≤ 10 000			-	

L'eau de récupération est considérée comme conforme aux exigences énoncées au Tableau 8 si les mesures satisfont à l'ensemble des critères suivants :

- Les valeurs indiquées pour *E. coli*, *Legionella* spp. et les nématodes intestinaux sont respectées dans au moins 90 % des échantillons. Aucune des valeurs mesurées sur les échantillons ne peut dépasser l'écart maximal de 1 unité de log par rapport à la valeur indiquée pour *E. coli* et *Legionella* spp. et de 100 % de la valeur indiquée pour les nématodes intestinaux;
- Les valeurs indiquées pour la DBO₅, les STS et la turbidité de la catégorie A sont respectées dans au moins 90 % des échantillons. Aucune des valeurs mesurées sur les échantillons ne peut dépasser l'écart maximal de 100 % de la valeur indiquée.

Exigences minimales de surveillance

Tableau 14 Exigences minimales de surveillance bactériologique

Fréquences minimales de surveillance						
Classe de qualité de l'eau de récupération	<i>E. coli</i>	DBO ₅	STS	Turbidité	<i>Legionella</i> sp. p. (le cas échéant)	Nématodes intestinaux (le cas échéant)
A	Une fois par semaine	Une fois par semaine	Une fois par semaine	En continu	Une fois par semaine	Deux fois par mois ou fréquence déterminée par l'exploitant de la station de récupération en fonction du nombre d'œufs présents dans les eaux usées entrant dans la station de récupération
B	Une fois par semaine	Conformément à la directive 91/271/CEE (annexe I, section D)	Conformément à la directive 91/271/CEE (annexe I, section D)	-		
C	Deux fois par mois			-		
D	Deux fois par mois			-		

La surveillance de validation doit être effectuée avant la mise en service de la station de récupération, en cas de modernisation des équipements ou en cas d'ajout de nouveaux équipements ou procédés.

¹ Directive 91/271/CEE du Conseil du 21 mai 1991 relative au traitement des eaux urbaines résiduaires (JO L135 du 30.5.1991, p. 40).

La surveillance de validation est effectuée pour la classe de qualité de l'eau de récupération la plus stricte (classe A) afin de déterminer si les objectifs d'efficacité (réduction log10) sont atteints. La surveillance de validation implique le contrôle des microorganismes indicateurs associés à chaque groupe de pathogènes (bactéries, virus et protozoaires). Les microorganismes indicateurs sélectionnés sont E. coli pour les bactéries pathogènes, les coliphages mâles spécifiques, les coliphages somatiques ou les coliphages pour les virus pathogènes, et les spores/bactéries sulfatoréductrices sporogènes de Clostridium perfringens pour les protozoaires.

Les objectifs d'efficacité (réduction log10) de la surveillance de validation des microorganismes indicateurs sélectionnés sont indiqués dans le tableau ... et doivent être atteints à la sortie de la station de récupération (point de conformité), compte tenu des concentrations des flux d'eaux usées brutes entrant dans la station d'épuration des eaux résiduaires urbaines.

Classe de qualité de l'eau de récupération	Microorganismes indicateurs (*)	Objectifs d'efficacité de la chaîne de traitement (réduction log ₁₀)
A	<i>E. coli</i>	≥ 5,0
	Coliphages totaux/coliphages mâles spécifiques/coliphages somatiques/coliphages(**)	≥ 6,0
	Spores/bactéries sulfatoréductrices sporogènes de <i>Clostridium perfringens</i> (***)	≥ 5,0

- Tâches essentielles de gestion des risques

Le règlement stipule également des tâches essentielles de gestion des risques :

- Décrire le système de réutilisation de l'eau
- Mettre en évidence les dangers potentiels et les risques d'événements dangereux
- Déterminer les milieux, les populations et les personnes qui risquent d'être exposés
- Réaliser une évaluation portant à la fois sur les risques pour l'environnement et sur les risques pour la santé humaine et animale
- Evaluation des risques pour l'environnement
- Evaluation des risques pour la santé humaine
- Préciser les exigences supplémentaires de qualité
- Les métaux lourds
- Les pesticides
- Les sous-produits de désinfection
- Les produits pharmaceutiques
- De nouvelles substances préoccupantes
- La résistance aux antimicrobiens
- Déterminer les mesures préventives déjà en place ou qui devraient être prises pour limiter les risques :
 - Un contrôle des accès
 - Des mesures supplémentaires de désinfection ou d'élimination des polluants
 - Des techniques d'irrigation spécifiques atténuant le risque de formation d'aérosols (irrigation goutte-à-goutte, par exemple)
 - Une aide à l'élimination des agents pathogènes avant la récolte
 - L'établissement de distances minimales de sécurité
- Veiller à ce que des procédures et des systèmes de contrôle de la qualité adéquats soient mis en place
- Veiller à ce que des systèmes de surveillance environnementale+ soient mis en place de manière à détecter tout effet négatif
- Veiller à ce qu'un système approprié de gestion des incidents et des situations d'urgence soit mis en place



Tableau 15 Exemples de mesures préventives pour une classification de la qualité de l'eau de récupération

Classe de qualité de l'eau de récupération	Mesures préventives spécifiques
A	Les porcs ne doivent pas être exposés à des fourrages irrigués avec de l'eau de récupération, sauf si des données suffisantes indiquent que les risques pour un cas particulier peuvent être gérés.
B	Il est interdit de récolter des produits irrigués ou tombés à terre et humides. Les vaches laitières en lactation ne doivent pas avoir accès aux pâturages tant que ceux-ci sont humides. Les fourrages doivent être séchés ou ensilés avant l'emballage. Les porcs ne doivent pas être exposés à des fourrages irrigués avec de l'eau de récupération, sauf si des données suffisantes indiquent que les risques pour un cas particulier peuvent être gérés.
C	Il est interdit de récolter des produits irrigués ou tombés à terre et humides. Les animaux de pâturage ne doivent pas avoir accès aux pâturages pendant cinq jours après la dernière irrigation. Les fourrages doivent être séchés ou ensilés avant l'emballage. Les porcs ne doivent pas être exposés à des fourrages irrigués avec de l'eau de récupération, sauf si des données suffisantes indiquent que les risques pour un cas particulier peuvent être gérés.
D	Il est interdit de récolter des produits irrigués ou tombés à terre et humides.

3.1.5. Dossier de demande

En accord avec l'article 7 de l'arrêté du 02 août 2010, « toute personne souhaitant réaliser une installation ou procéder à une activité d'utilisation d'eaux usées traitées à des fins d'irrigation de cultures ou d'espaces verts adresse une demande au préfet du département où elle doit être réalisée. Cette personne peut être le propriétaire ou l'exploitant de la station de traitement des eaux usées, du système d'irrigation ou des parcelles à irriguer ».

L'utilisation d'eaux usées traitées à des fins d'irrigation est autorisée par un arrêté préfectoral qui fixe, après avis du conseil départemental de l'environnement et des risques sanitaires et technologiques, les modalités d'irrigation à partir des eaux usées traitées de la station de traitement des eaux usées (cf. article 8 de l'arrêté du 02 août 2010).

Les autres points importants à définir sont :

- Le programme d'irrigation (Article 9)
- Le programme de surveillance des eaux usées traitées (Article 10)
- Le programme de surveillance de la qualité des sols (Article 11)
- La traçabilité (Article 12)

Le contenu du dossier est décrit par l'annexe suivante : ANNEXE IV de l'arrêté du 02 août 2010

3.1.5.1. Dossier de demande d'autorisation

Le dossier de demande d'autorisation adressé au préfet en quatre exemplaires comprend :

- Lettre de demande du pétitionnaire.
- Note de synthèse technique et non technique justifiant la demande et décrivant les conditions actuelles d'irrigation du secteur concerné et le milieu récepteur des eaux issues de la station de traitement des eaux usées.
- Informations sur la station de traitement des eaux usées :
- Nom exact et localisation précise
- Type de réseaux (unitaire, séparatif) raccordés à la station de traitement des eaux usées
- Caractéristiques des eaux usées brutes : débits et volumes, nature des eaux épurées (eaux usées domestiques, industrielles, etc.), principales caractéristiques physico-chimiques, recensement et analyses des activités raccordées au réseau de collecte d'eaux usées et compatibilité des rejets de ces activités avec l'utilisation des eaux usées traitées y compris copie des conventions de rejets des établissements à risque (abattoirs, établissements de soins, industriels, etc.)
- Caractéristiques techniques des équipements et procédés de traitement mis en œuvre sur la station de traitement des eaux usées

- Informations générales sur le milieu récepteur des eaux usées traitées (notamment hydrologie et hydrogéologie)
- Résultats du suivi de la performance épuratoire de la station de traitement des eaux usées (comprenant la filière de traitement complémentaire, le cas échéant) sur une période d'au moins six mois consécutifs comprenant l'ensemble de la saison d'irrigation avec une fréquence mensuelle d'analyses portant sur les paramètres définis en annexe II
- Résultats du suivi de la qualité des boues
- Dans le cas où les boues font l'objet d'un épandage agricole : résultats du suivi mis en place dans le cadre de l'épandage selon les conditions fixées par l'arrêté du 8 janvier 1998 fixant les prescriptions techniques applicables aux épandages de boues sur les sols agricoles
- Dans le cas où les boues ne font pas l'objet d'un épandage agricole : résultat du suivi de la qualité des boues produites lors du traitement des eaux usées à raison d'au moins quatre analyses par an pour les paramètres figurant aux tableaux Ia et Ib de l'annexe I de l'arrêté du 8 janvier 1998 susvisé, à l'exception des traitements par lagunage qui font l'objet d'une analyse annuelle dans la lagune finale
- Deux derniers bilans annuels de fonctionnement du système d'assainissement
- Description détaillée du projet de réutilisation :
- Eléments cartographiques des documents d'urbanisme en vigueur (plan local d'urbanisme) autour de la zone d'irrigation envisagée
- Présentation et analyse des situations météorologiques locales (pluviométrie, climat, en particulier le vent, et variations saisonnières)
- Description détaillée de la filière de traitement complémentaire, le cas échéant (principe, dimensionnement, gestion technique et maintenance)
- Le cas échéant, informations sur le stockage temporaire des eaux usées traitées (matériel, localisation, enterré ou non, temps de séjour)
- Identification des parcelles à irriguer (noms exacts et localisations précises des terrains, nombre d'hectares concernés, couverts végétaux envisagés, infrastructures, activités anthropiques et usages du sol, présence éventuelle d'obstacles physiques en bordure des parcelles de type haies végétalisées)
- Nature et devenir des cultures irriguées (description détaillée de l'utilisation des sites irrigués par les eaux usées traitées), évaluation des besoins en eaux des espaces irrigables
- Fréquence et conditions d'apport en eaux usées traitées en fonction des capacités d'absorption et d'échange des sols
- Devenir des eaux usées traitées en dehors des périodes d'utilisation pour l'irrigation (exutoires possibles, installations de stockage envisagées)
- Représentation cartographique, au moins au 1/25000 et si possible au 1/5000 cadastré, du projet d'irrigation, indiquant notamment les usages à protéger (habitations, puits, cours d'eau, captages, etc.), les caractéristiques topographiques (dont les courbes de niveaux), pédologiques (aptitude des sols à l'infiltration, nature et pentes des terrains), hydrogéologiques et hydrologiques superficielles et profondes, la localisation, le cas échéant, des périmètres de protection des captages d'eau, les types de cultures et les distances par rapport aux habitations, aux bâtiments et/ou installations accueillant du public et aux voies de circulation ;
- Mesures d'information du public prévu et notamment sur le site
- Projet de programme d'irrigation saisonnier à titre indicatif (débit, quantité d'eau potentiellement épandue, nombre d'heures d'irrigation par jour ou par nuit)
- Programme de surveillance
- Paramètres pris en compte pour la gestion de l'irrigation (programmation manuelle, automatique, en fonction des pluies, etc.)
- Caractéristiques, dimensionnement et entretien du réseau d'irrigation et description détaillée des matériels d'irrigation, de la mise en route, de la gestion et de l'entretien du système sur les sites irrigués (identification des intervenants), ainsi que la formation prévue pour les travailleurs concernés

Lorsque la demande porte sur de l'irrigation par aspersion, le dossier doit également comporter des précisions sur la technologie d'aspersion, la description du modèle d'asperseurs, leur pression de fonctionnement, leur apogée et leur portée. Les conditions de vents, ainsi que leur prise en compte pour la gestion de l'irrigation, sont précisées :

- Description de l'état initial du milieu récepteur des eaux usées traitées et de l'aptitude des sols à l'irrigation, comprenant notamment une analyse des sols réalisée en un point de référence, repéré par ses coordonnées Lambert, représentatif de chaque zone homogène (c'est-à-dire pour chaque partie d'unité culturelle homogène d'un point de vue pédologique n'excédant pas 20 hectares),

portant sur les éléments traces figurant au tableau 2 de l'annexe I de l'arrêté du 8 janvier 1998 susvisé et sur le pH. Les analyses de sol doivent être réalisées par un laboratoire d'analyse de terre agréé par le ministère de l'alimentation, de l'agriculture et de la pêche

- Analyse des risques : descriptif des modes de détection et gestion des dysfonctionnements de la filière de traitement et de distribution
- Analyse des impacts environnementaux et sanitaires de la réutilisation des eaux usées traitées (infrastructures, habitations, pluies, cultures, etc.), modes d'évaluation de ces impacts et mesures compensatoires prévues
- Projet de convention entre le propriétaire de la station de traitement des eaux usées, l'exploitant de la station de traitement des eaux usées, les propriétaires des parcelles concernées, les exploitants des parcelles concernées et les éventuelles personnes morales ou physiques intervenant dans la mise en œuvre de l'irrigation explicitant notamment la gestion de l'irrigation et les modalités de suivi (sols, effluents, surveillance des impacts sanitaires)

3.1.5.2. Acteurs et responsabilités

Les acteurs décrits ci-dessous sont responsables des documents qu'ils fournissent avant et après l'établissement de l'arrêté préfectoral autorisant l'utilisation d'EUT à des fins d'irrigation.

Le terme « exploitant » peut désigner les acteurs suivants :

Le/les propriétaire(s) des parcelles ou terrains irrigués (public(s) et/ou privé(s)) ; ou le/les exploitant(s) des parcelles ou terrains irrigués ; ou le/les éventuel(s) prestataire(s) de services en charge de l'irrigation des parcelles ou terrains irrigués, si différent(s) du/des propriétaire(s) ou du/des exploitant(s) (personne physique ou morale) ; ou le/les éventuelle(s) structure(s) en charge du stockage ; ou le/les éventuelle(s) structure(s) en charge de la distribution des EUT.

Le terme « producteur » peut désigner les acteurs suivants : le/les éventuelle(s) structure(s) en charge du traitement tertiaire, le/les éventuelle(s) structure(s) en charge du stockage ; ou la collectivité propriétaire de la STEU (exploitante ou non) la collectivité propriétaire de la STEU (exploitante ou non) ; ou l'exploitant de la STEU (au sens de l'arrêté du 21 juillet 20153), si différent de la collectivité.

Un exemple de partage des compétences entre les acteurs pouvant être concernés par la mise en œuvre d'un projet de REUT est présenté en annexe 8.3.

Le terme « producteur » peut désigner les acteurs suivants : le/les éventuelle(s) structure(s) en charge du traitement tertiaire, le/les éventuelle(s) structure(s) en charge du stockage ; ou la collectivité propriétaire de la STEU (exploitante ou non) la collectivité propriétaire de la STEU (exploitante ou non) ; ou l'exploitant de la STEU (au sens de l'arrêté du 21 juillet 20153), si différent de la collectivité.

Un exemple de partage des compétences entre les acteurs pouvant être concernés par la mise en œuvre d'un projet de REUT est présenté en annexe 8.3.



Actions à réaliser	Réalisation > A quelle fréquence ? > Quand ?	Transmission > A qui ?	Responsable
Avant établissement de l'arrêté préfectoral d'autorisation			
Rédiger le programme d'irrigation	1. Lors de la demande initiale d'autorisation 2. Dans le cas de modification(s) entraînant un changement notable des éléments du dossier de demande d'autorisation	Service instructeur : DDT	Exploitant*
Rédiger le programme de surveillance des EUT : * suivi périodique (tous les 2 ans) * suivi en routine * suivi des boues			Producteur**
Rédiger le programme de surveillance des sols			Exploitant*
Rassembler et synthétiser les résultats du suivi de la performance épuratoire (période d'au moins 6 mois comprenant l'ensemble de la saison d'irrigation) permettant de déterminer le niveau de qualité sanitaire des EUT			Producteur**
Préciser les caractéristiques techniques des asperseurs utilisés et des conditions de vents (<i>uniquement si irrigation par aspersion</i>)			Exploitant*
Concevoir le réseau de distribution des EUT de manière à ne pas dégrader la qualité de l'eau, à pouvoir réaliser des purges et faciliter les opérations de nettoyage	Lors de l'élaboration et de la réalisation initiale du projet	-	Exploitant*
Après entrée en vigueur de l'arrêté préfectoral d'autorisation			
Rédiger le programme d'irrigation annuel (<i>uniquement si conditions d'irrigation variables d'une année sur l'autre</i>)	Tous les ans, un mois avant la campagne d'irrigation	Préfet et maire(s) concerné(s)	Exploitant*
Mettre en œuvre le programme de surveillance des EUT			
Suivi périodique des EUT * Effectuer les analyses * Transmettre les analyses	* Tous les deux ans * Avant le début de la période d'irrigation (premiers résultats)	Préfet, maire(s) concerné(s), exploitants	Producteur**
Suivi en routine des EUT * Effectuer les analyses * Transmettre les analyses	* Pendant la totalité de chaque saison d'irrigation * Avant le 31 mars de l'année suivant la saison d'irrigation		
Suivi des boues (<i>uniquement si ces dernières ne font pas l'objet d'épandage agricole</i>) * Effectuer les analyses * Transmettre les analyses	* 4 fois par an minimum * Avant le 31 mars de l'année suivant la saison d'irrigation		
Mettre en œuvre le programme de surveillance de la qualité des sols		***	Exploitant*
Mettre en œuvre des conditions de stockage et de distribution des EUT ne favorisant pas le développement de vecteurs ou d'agents pathogènes, de biofilms ou de nuisances olfactives		***	Exploitant*
S'assurer que les canalisations d'EUT sont repérées de façon explicite (picogramme)		***	Exploitant*
Mettre en œuvre les mesures d'information du public prévues (notamment si irrigation d'espaces verts)		***	Exploitant*

Tableau 16 Récapitulatif des actions à mener et des responsables de chacune d'elles

3.1.6. Limites et Reproductibilité

L'instruction interministérielle du 26 avril 2016 met bien en avant que la pratique de la REUT doit être encadrée réglementairement afin de prévenir les risques sanitaires.

Cependant, le contexte du projet OMIX de recyclage des eaux usées traitées à partir de digestats n'est pas encadré spécifiquement par un arrêté.

Ainsi, une demande d'encadrement par France Expérimentation a été réalisé et le projet a été présélectionné mais la procédure n'a pu aboutir.

Lors du dernier échange téléphonique avec France Expérimentation du 05/09/2018, il avait été présenté les deux aspects réglementaires manquants (usage de l'eau produite) ou bloquant (usage des fractions organo-minérales produites) :



- Dans le cadre de la réutilisation de l'eau en irrigation, il a été précisé l'absence d'un cadre réglementaire pour les eaux issues de digestats et que le seul arrêté existant concerne les eaux résiduaires traitées
- La destination de cette eau à un usage en agriculture biologique a bien été notée
- Le cahier des charges du 13 juin 2017 bloque la réutilisation des fractions organo-minérales qui pourront être produites par l'unité de NEREUS, étant donné que le site de méthanisation de CLERVERTS traite des biodéchets

Ainsi, le dossier défendu en demande des dérogations pour permettre le bon déroulement du projet était de produire et caractériser les différents produits.

Dans le dossier, une demande de dérogation avait également été effectuée concernant la Directive Nitrate afin de ne pas considérer les concentrats d'OI, principalement composé de N minéral dissout, dans les plafonds d'azote organique. Cependant, cette directive est à l'échelle européenne et donc France Expérimentation n'a pas d'actions possibles, même à titre expérimental.

3.1.7. Explication détaillée des articles de la proposition de règlement du parlement européen et du conseil relatif aux exigences minimales requises pour la réutilisation de l'eau

Article premier – Objet et finalité

Cet article énonce les objectifs de la proposition, à savoir l'établissement d'exigences minimales de qualité et de surveillance de l'eau, ainsi que des tâches essentielles de gestion des risques afin de garantir que la réutilisation des eaux usées traitées est sans danger, remédie à la problématique de la rareté de la ressource en eau et contribue au bon fonctionnement du marché intérieur.

Article 2 – Champ d'application

Cet article précise que le règlement proposé s'applique à l'eau de récupération destinée à l'usage spécifique énoncé à la section 1 de l'annexe I, à savoir l'irrigation agricole.

Article 3 – Définitions

Cet article définit les termes utilisés dans la proposition de règlement.

Article 4 – Obligations des exploitants des stations

de récupération en ce qui concerne la qualité de l'eau
Cet article définit les exigences minimales qui doivent être respectées avant de pouvoir utiliser l'eau de récupération pour l'irrigation agricole. Il renvoie à l'annexe I qui précise les exigences minimales en matière de qualité de l'eau de récupération et de surveillance ainsi que les exigences supplémentaires visées à l'article 7, fondées sur l'application du principe de gestion des risques, tel que défini à l'article 5.

Article 5 – Gestion des risques

Cet article définit le processus de gestion des risques qui doit être appliqué par l'exploitant d'une station de récupération en coopération avec les parties concernées (l'utilisateur final de l'eau de récupération, l'exploitant de la station de traitement des eaux urbaines résiduaires approvisionnant en eau la station de récupération, etc.). L'exploitant d'une station de récupération est tenu d'élaborer un plan de gestion des risques liés à la réutilisation de l'eau. Ce plan, qui établit des exigences supplémentaires jugées nécessaires pour atténuer davantage les risques, doit être joint à la demande d'octroi d'autorisation adressée à l'autorité compétente. Ce plan doit reposer sur les principaux principes de gestion des risques, tels qu'ils sont définis à l'annexe II de la proposition. L'adoption d'un acte délégué fixant des spécifications techniques en complément des tâches essentielles de gestion des risques, telles qu'elles sont définies à l'annexe II, est envisagée.

Article 6 – Demande d'autorisation de fourniture d'eau de récupération

Cet article détaille la procédure de demande d'autorisation de fourniture d'eau de récupération, ainsi que la liste des documents que le demandeur doit remettre.

Article 7 – Octroi de l'autorisation

Cet article énonce les obligations auxquelles les autorités compétentes doivent satisfaire lors de la procédure d'octroi d'autorisation. Il définit également les conditions à inclure dans l'autorisation et l'exigence de revoir l'autorisation au moins tous les cinq ans.

Article 8 – Contrôle de la conformité

Cet article définit l'obligation des autorités compétentes de vérifier que l'eau de récupération respecte les conditions énoncées dans l'autorisation. Il précise également les règles à suivre en cas de non-conformité ou d'incidents résultant du non-respect du règlement proposé.

Article 9 – Coopération entre les États membres

Cet article énonce les modalités d'échange d'informations entre les autorités compétentes des États membres, le cas échéant, avant l'octroi d'une autorisation de réutilisation de l'eau.

Article 10 – Information du public

Conformément aux conclusions du bilan de qualité sur les obligations d'information, cet article précise les informations que les États membres doivent communiquer au public. L'objectif est d'accroître la transparence, ce qui se traduirait par une plus grande confiance des consommateurs dans la réutilisation de l'eau et par une meilleure compréhension de l'incidence de ce règlement sur la réutilisation accrue de l'eau. L'adoption d'un acte d'exécution fixant des règles détaillées concernant le format et la présentation des informations à communiquer est envisagée.

Article 11 – Informations concernant le suivi de la mise en œuvre

Conformément aux conclusions du bilan de qualité sur les obligations d'information, cet article définit la procédure de collecte de données pertinentes sur la mise en œuvre du règlement proposé, en vue de réduire au minimum la charge administrative (au moyen d'outils TIC modernes et en mettant l'accent sur les rapports fondés sur des indicateurs) et de garantir la transparence et la responsabilité envers les citoyens. Cet article prévoit que les États membres devraient mettre en place des séries de données rassemblant des informations sur la réutilisation de l'eau, en utilisant autant que possible les données tirées des informations communiquées au titre de la directive relative au traitement des eaux urbaines résiduaires et de la directive-cadre sur l'eau. Les séries de données devraient être constituées conformément à la directive Inspire, avec l'aide de l'Agence européenne pour l'environnement. Celle-ci sera également chargée de consulter régulièrement les données et de fournir à la Commission des vues d'ensemble de la mise en œuvre de la directive à l'échelle de l'Union, qui seront utilisées dans le cadre des futures évaluations de la directive (article 13). L'adoption d'un acte d'exécution fixant des règles détaillées concernant le format et la présentation des informations à communiquer est envisagée.

Article 12 – Accès à la justice

Cet article est conforme à l'article 47 de la charte des droits fondamentaux et applique la convention d'Aarhus en ce qui concerne l'accès à la justice. Les citoyens et les ONG devraient avoir la possibilité d'examiner la légalité des décisions prises par les États membres en vertu du présent règlement.

Article 13 – Évaluation

Cet article définit le cadre des évaluations futures (au sens des lignes directrices de la Commission pour une meilleure réglementation) de la directive. La première évaluation est prévue six ans après l'entrée en vigueur du règlement.

Article 14 – Exercice de la délégation

Il s'agit d'un article standard relatif à l'adoption d'actes délégués.

Article 15 – Comité

Il s'agit d'un article standard relatif à l'adoption d'actes d'exécution.

Article 16 – Sanctions

Il s'agit d'un article standard relatif aux sanctions.

Article 17 – Entrée en vigueur et mise en application

Cet article fixe la date d'entrée en vigueur et la date d'application, soit un an après la date d'entrée en vigueur afin d'accorder suffisamment de temps aux États membres pour s'adapter au règlement, ainsi que de disposer du temps nécessaire pour élaborer un acte d'exécution garantissant l'application uniforme du processus de gestion des risques.

Annexe I – Usages et exigences minimales

Section 1 – Usages de l'eau de récupération

Cette section précise l'usage prévu de l'eau de récupération, à savoir l'irrigation agricole.

Section 2 – Exigences minimales



Cette section définit les classes de qualité de l'eau de récupération et l'utilisation agricole associée (tableau 1). La partie a) énonce les exigences minimales en matière de qualité de l'eau, telles qu'elles ont été définies par le JCR sur la base des pratiques adoptées dans les États membres et au niveau international (tableau 2).

La partie b) énonce les exigences de surveillance de l'eau de récupération (tableau 3) et la surveillance de validation pour la classe A, la plus stricte (tableau 4).

Annexe II – Tâches essentielles de gestion des risques

Cette annexe décrit en détail les tâches que l'exploitant d'une station de récupération doit remplir afin d'élaborer un plan de gestion des risques liés à la réutilisation de l'eau et d'établir des exigences supplémentaires à faire figurer dans l'autorisation, ainsi que pour mettre en oeuvre le système de réutilisation de l'eau.

- Niveau de rejet pour le milieu récepteur pour ICPE

Trois types de régime ICPE sont définis pour les unités de méthanisation, en fonction de la taille de l'installation (autorisation, enregistrement ou déclaration). Chaque régime définit un arrêté type au niveau national, fixant des prescriptions d'implantation, d'études, d'organisation et de suivi des installations.

Les trois régimes d'installation sont classés comme suit :

Quantité de matières traitées par méthanisation (t/j)	Régime de l'installation
>= 60	Autorisation
60 <= F <= 30	Enregistrement
< 30	Déclaration

Le contrôle sanitaire des eaux requiert d'analyser des éléments spécifiques, notamment la matière en suspension (MES), la demande biochimique en oxygène mesurée au bout de 5 jours (DBO5), la demande chimique en oxygène (DCO), l'azote global (N) et le phosphore total (P).

L'arrêté du 10 Novembre 2009 fixe les règles techniques auxquelles doivent satisfaire les installations de méthanisation soumises à autorisation (NOR : DEV0927295A). Les niveaux de rejet pour le milieu récepteur sont précisés comme tels :

		Niveau de rejet pour le milieu récepteur (valeurs limites en mg/l)							
Autorisation	Milieu naturel	pH	Température (°C)	leur (mg/l)	MEST	DCO	DBO5	N	P
		5.5 < pH < 8.5	< 30°C	< 100					
	Neutralisation alcaline	9,5							
	Flux (kg/j)								
	<=15				100				
	>15				35				
	Epuración par lagunage				150				
	<=100					300			
	>100					125			
	<=30						100		
	>30						30		
	>=150							15	
	>=300							10	
	>=40								2
	>80								1

a/ Niveau de rejet pour milieu récepteur dans le milieu naturel pour une autorisation

		Niveau de rejet pour le milieu récepteur (valeurs limites en mg/l)						
Réseau d'assainissement collectif		pH	Température (°C)	MEST	DCO	DBO5	N	P
		5.5 < pH < 8.5	< 30°C					
	Neutralisation alcaline	9,5						
	Flux (kg/j)							
	>=50						30	
	>=15							10

b/ Niveau de rejet pour milieu récepteur dans le réseau d'assainissement collectif pour une autorisation

L'arrêté du 12 Août 2010 fixe les règles techniques auxquelles doivent satisfaire les installations classées de méthanisation relevant du régime de l'enregistrement (NOR : DEVP1020761A). Les niveaux de rejet pour le milieu récepteur sont précisés comme tels :

		Niveau de rejet pour le milieu récepteur (valeurs limites en mg/l)						
Enregistrement	Milieu naturel	pH	Température (°C)	MEST	DCO	DBO5	N	P
		5.5 < pH < 8.5	< 30°C					
	Neutralisation alcaline	9,5						
	Flux (kg/j)							
	<=15			100				
	>15			35				
	<=100				300			
	>100				125			
	<=30					100		
	>30					30		
	<=150						30	
	150 <= F <= 300						15	
	> 300						10	
	<40							10
	40 <= F <= 80							2
	> 80							1

a/ Niveau de rejet pour milieu récepteur dans le milieu naturel ou un réseau d'assainissement collectif dépourvu de station d'épuration (enregistrement)

Les concentrations d'hydrocarbures totaux ne doivent pas dépasser 10 mg/ml.

Les valeurs limites de concentration imposées à l'effluent à la sortie de l'installation vont dépendre des flux massiques traités dans la journée contrairement au réseau d'assainissement :

		Niveau de rejet pour le milieu récepteur (valeurs limites en mg/l)					
Réseau d'assainissement collectif	pH	Température (°C)	MEST	DCO	DBO5	N	P
	5.5 < pH < 8.5	< 30°C					
Neutralisation alcaline	9,5						
Flux (kg/j)			600	2000	800	150	50

b/ Niveau de rejet pour milieu récepteur en sortie d'installation avant raccordement à une station d'épuration urbaine (enregistrement)

L'article 43 de cet arrêté stipule qu'il est interdit de rejeter les eaux résiduaires dans une nappe.

L'arrêté du 10 Novembre 2009 fixe les règles techniques auxquelles doivent satisfaire les installations classées de méthanisation soumises à déclaration (NOR : DEVPO927295A). Les niveaux de rejet pour les deux milieux récepteurs sont les suivants :

		Niveau de rejet pour le milieu récepteur (valeurs limites en mg/l)						
Déclaration	Milieu naturel	pH	Température (°C)	MEST	DCO	DBO5	N	P
		5.5 < pH < 8.5	< 30°C					
	Neutralisation alcaline	9,5						
	Flux (kg/j)							
	<15			100				
	>15			35				
	<100				300			
	>100				125			
	< 30					100		
	<30					30		

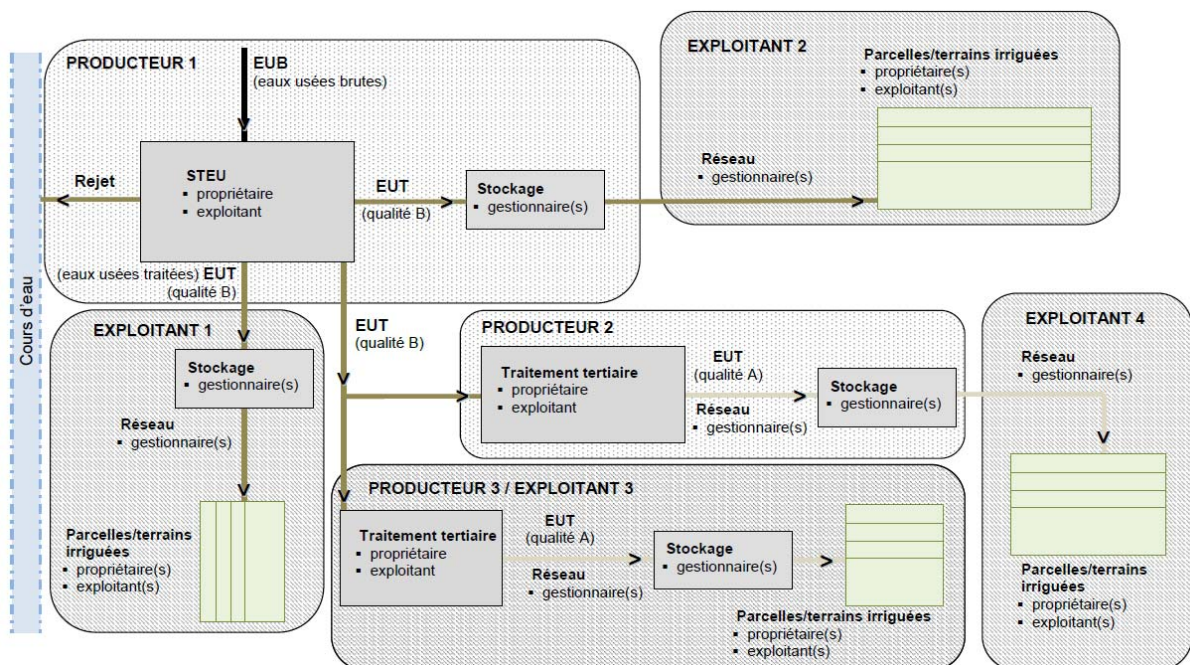
a/ Niveau de rejet pour milieu récepteur dans le milieu naturel (ou réseau d'assainissement collectif dépourvu de station d'épuration) pour une déclaration

Niveau de rejet pour le milieu récepteur (valeurs limites en mg/l)							
Réseau d'assainissement collectif	pH	Température (°C)	MEST	DCO	DBO5	N	P
	5.5 < pH < 8.5	< 30°C					
Neutralisation alcaline	9,5						
Flux (kg/j)							
MEST > 15 OU DBO > 15 OU DCO > 45			600	2000	800		

b/ Niveau de rejet pour milieu récepteur dans le réseau d'assainissement collectif (muni d'une station d'épuration) pour une déclaration

Aucune information sur les concentrations maximales de phosphore et d'azote ne sont fournies. Dans tous les cas, les rejets doivent être compatibles avec la qualité ou les objectifs de qualité des cours d'eau. Cet arrêté stipule également que le rejet d'eaux résiduaires dans une nappe souterraine, même après épuration, est interdit.

Partage des compétences entre les acteurs pouvant être concernés par la mise en œuvre d'un projet de REUT.



3.2. Lot 2 « Faisabilité de l'extraction du NH₃ par chimio-sorption transmembranaire (TMCS) »

3.2.1. Essais sur effluents synthétiques : installation échelle laboratoire

L'ensemble des résultats sur l'extraction de l'azote ammoniacal se trouve dans le livrable 2.1-2 « Prototype de laboratoire de séparation par chimio-sorption transmembranaire (TMCS) et conditions de fonctionnement optimales pour l'extraction de l'ammoniac et l'obtention d'une solution de sels d'ammonium ». Les résultats indiquent que le temps de séjour hydraulique a un impact très important sur les performances. Les essais avec l'effluent synthétique montrent que le rendement d'extraction de l'azote ammoniacal (REA) augmente en raison de l'augmentation du temps de contact entre le liquide et l'interface membranaire (Figure 21). L'efficacité d'extraction la plus élevée dans le module dans les conditions testées est de 75% pour 25 min de temps de rétention avec le module de laboratoire.

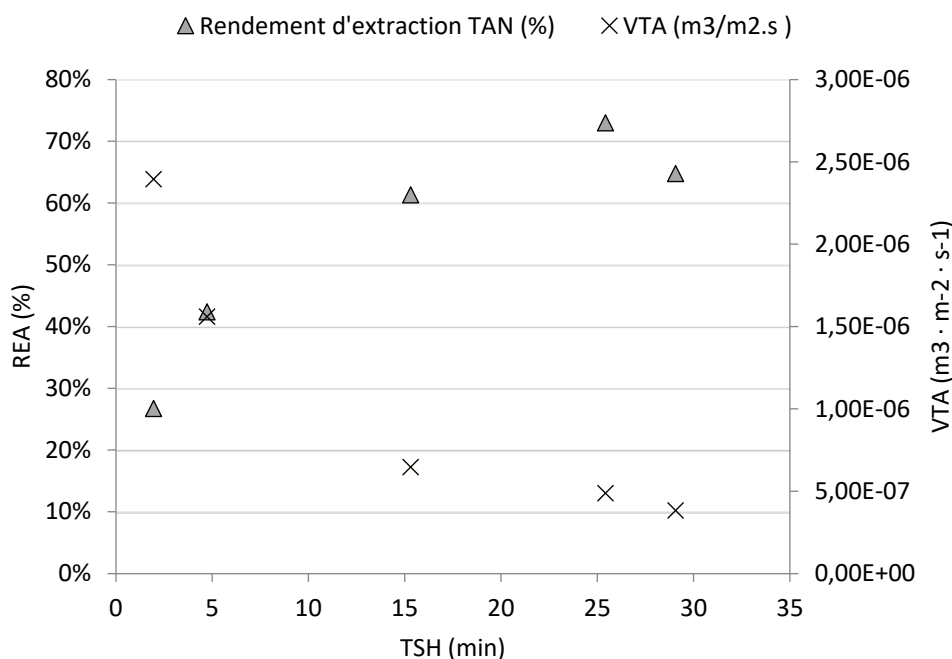


Figure 21 : Rendement d'Extraction de l'Ammoniac (REA) et Vitesse de Transfert de l'Ammoniac de l'effluent vers la solution acide (VTA exprimée en $m^3NH_3/m^2\text{membrane}\cdot s^{-1}$) obtenus pour différents temps de séjour hydraulique (TSH), à 23 ± 2 °C, avec solution de H_2SO_4 (0,36 M, pH 0,8-1) et de NH_4Cl (4,5 gN L⁻¹, pH 11)

Pour l'évaluation de l'effet du pH d'entrée côté acide, des expériences avec un pH d'entrée du H_2SO_4 variant de 1 jusqu'à 2,4 ont montré une diminution de plus de 25 % du taux de transfert du NH_3 pour le pH le plus élevé.

Ces résultats sont comparables à ceux de Boehler et al. (2015) qui ont montré que le transfert de NH_3 était inférieur pour des valeurs de pH supérieurs à 3. Ils ont également montré que la solution de récupération d'ammoniac peut atteindre des valeurs de pH proche de la neutralité avec une boucle de recirculation sur la solution acide. Une valeur de pH proche de 7 est appropriée pour une utilisation ultérieure comme engrais. Il faudra donc envisager un fonctionnement spécifique permettant de travailler à pH inférieur à 2,5 lors de l'extraction et permettant une remontée en pH de la solution pour finaliser le produit.

3.2.2. Essais sur effluents synthétiques : installation échelle pilote

Le rendement d'extraction l'azote ammoniacal à partir d'une solution synthétique de NH_4Cl a été évalué dans l'installation pilote. Des résultats très encourageants ont été obtenus avec des rendements d'extraction allant jusqu'au 98%, pour un seul passage de la solution synthétique dans le module membranaire. Ces résultats sont comparés avec l'installation laboratoire en fonction de la charge hydraulique dans la Figure 22. Les performances obtenues à l'échelle pilote sont très supérieures à l'échelle laboratoire. En effet, les deux modules présentent des différences importantes : différents types

de matériau dans la fabrication des fibres membranaires (PTFE pour le module laboratoire et PP pour le module pilote) ; une hydrodynamique différente, le module pilote contient une chicane à l'intérieur qui permet au liquide de s'écouler perpendiculairement aux fibres, formant des turbulences locales qui peuvent augmenter le transfert. L'unité laboratoire ne contient pas de chicane et le placement des piquages pour les entrées et sorties de l'effluent ne sont pas optimisés pour utiliser toute la surface membranaire.

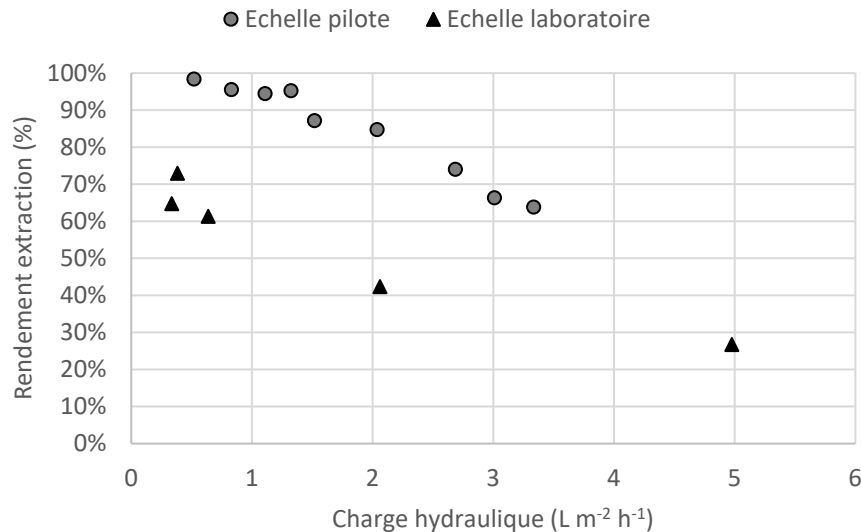


Figure 22 : Rendement d'Extraction de l'Ammoniac (REA) en fonction de la charge hydraulique appliquée dans l'installation pilote et laboratoire

Jusqu'à présent, trois installations industrielles équipées avec la technologie TMCS ont été conçues pour traiter le digestat (Pürro et Gindroz, 2018 ; Richter et al., 2020) et des eaux industrielles chargées en ammonium (Ulbricht et al., 2013), toutes les installations utilisaient des modules à fibres creuses en PP (fournis par 3 MMembrana). Les rendements d'extraction en fonction de la charge hydraulique ont été comparés avec les résultats disponibles dans la littérature. Sont aussi inclus les résultats de l'installation pilote opéré dans le cadre du projet POWER STEP (Boehler et al., 2015) pour le traitement du digestat. Les performances obtenues à l'échelle pilote avec un effluent synthétique semblent comparables à ceux disponibles dans la littérature avec des matrices réelles. Néanmoins, des expériences supplémentaires avec une charge hydraulique supérieure sont nécessaires pour pouvoir comparer nos résultats, ainsi que le traitement des matrices réelles.

3.2.3. Essais avec des effluents réels : installation échelle laboratoire

La faisabilité de l'extraction de l'azote ammoniacal à partir des effluents réels issus de la filière de fractionnement de digestat est ici démontrée. En effet des rendements d'extraction de l'azote ammoniacal et des coefficients de transfert comparables (bien que légèrement inférieurs) à ceux obtenus avec l'effluent synthétique ont été obtenus avec le rétentat d'osmose inverse (Figure 23 et Figure 24). La différence, visible sur certaines conditions, est en moyenne de $5,1 \pm 7,7$ %. Cet écart est encore un sujet d'étude mais pourrait être lié à l'influence des autres sels ou de la matière organique soluble.

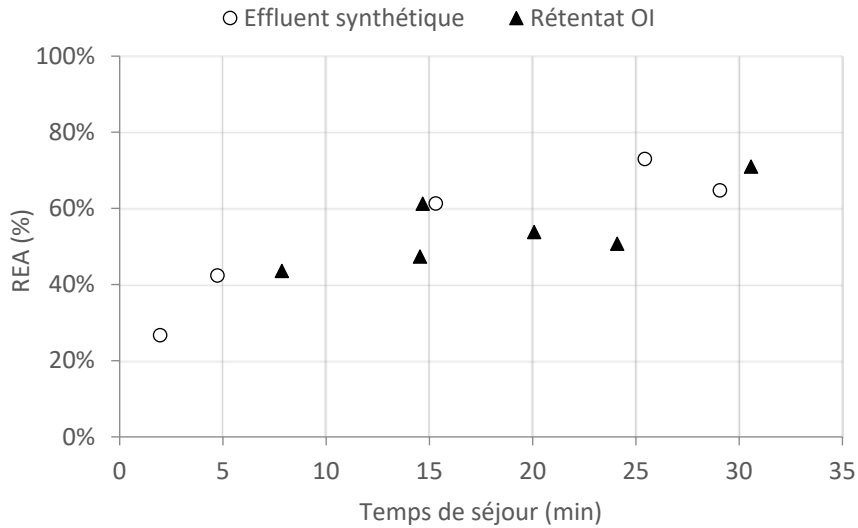


Figure 23 : Rendement d'Extraction de l'ammoniac (REA) obtenus pour différents temps de séjour hydraulique (TSH), à 23 ± 2 °C, avec solution de H_2SO_4 (0,36 M, pH 0,8-1) et de rétentat d'osmose inverse (OI), pH 11.

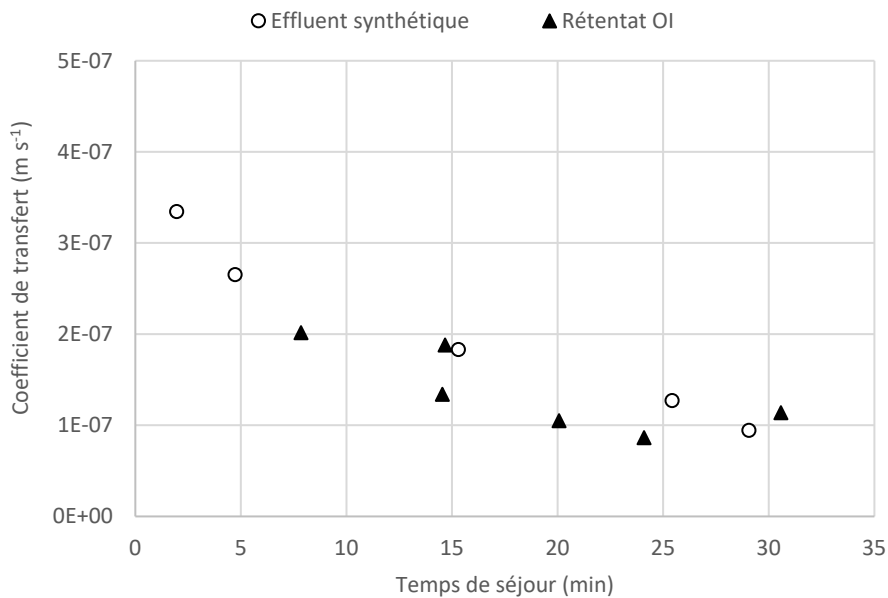


Figure 24 : Coefficient de transfert ($m s^{-1}$) obtenus pour différents temps de séjour, à 23 ± 2 °C, avec solution de H_2SO_4 (0,36 M, pH 0,8-1) et de concentrât d'osmose inverse (pH 11).

L'ajout d'une base est nécessaire pour travailler au pH approprié permettant de maximiser la forme NH_3 . Pour réduire cette consommation de réactif, l'augmentation de la température de travail est un levier intéressant que nous avons aussi analysé. L'augmentation de la température de l'effluent est évaluée sur le perméat de la nanofiltration. Ainsi, avec le même pH, une augmentation de la température déplace l'équilibre sous la forme d'intérêt, NH_3 (car la valeur du pKa diminue). Pour un pH de 9,4, des rendements identiques à ceux obtenus avec un pH de 11 ont été obtenus en augmentant la température entre 40 et 50 °C. La Figure 25 illustre le rendement d'extraction de l'ammoniac en fonction de la température, pour des expériences réalisées à un pH de $9,35 \pm 0,01$ et pH 11,1. Toutes les expériences ont été réalisées avec le même TSH côté acide et effluent et la même concentration de la solution d'acide sulfurique.

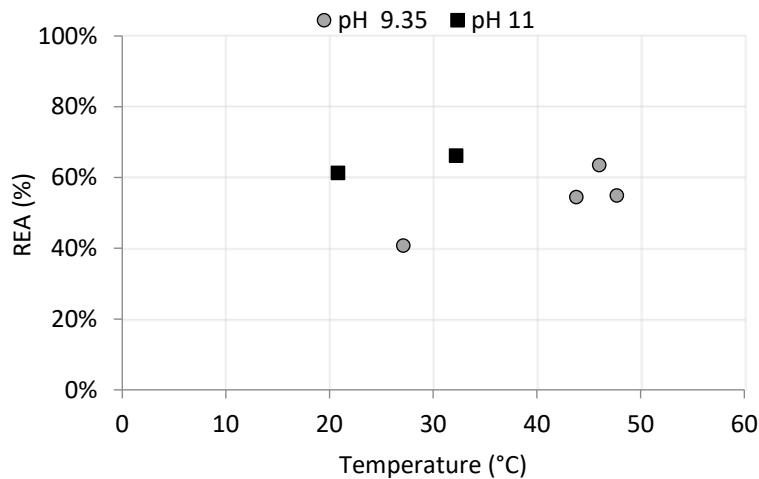


Figure 25 : Rendement d'extraction de l'azote ammoniacal (%) en fonction de la température pour un pH $9,35 \pm 0,01$ et un pH 11,1 avec une solution de H_2SO_4 (0,36 M, pH 0,8-1) et un TSH de 15 minutes.

Le prétraitement par aération permet la volatilisation du CO_2 dissous et donc de maximiser la forme gazeuse NH_3 , en augmentant le pH de l'effluent. La Figure 26 représente les évolutions du pH au cours du temps pour deux essais d'aération à 20 et 38°C sur le rétentat d'OI. Également, sont représentés les évolutions du rapport entre la concentration en azote ammoniacal total sur leur concentration initiale (TAN_t/TAN_{t0}) et le rapport de la concentration totale en dioxyde de carbone dissous sur leur concentration initiale ($CO_2_t/CO_{2,t0}$). La température est un paramètre clé dans la désorption du NH_3 et CO_2 . En effet, plus la température sera élevée plus la désorption du CO_2 sera rapide mais cette désorption supérieure n'entraîne pas des grandes différences concernant le pH et les pertes en ammoniac seront plus importantes du fait de la diminution de la constante d'acidité (pK_a) dans l'équilibre NH_3/NH_4^+ . Il est donc plutôt conseillé de travailler à température ambiante pour minimiser les pertes d'ammoniac avant de rentrer dans le module membranaire ou bien d'installer un captage de l'azote ammoniacal qui est volatilisé dans cette étape.

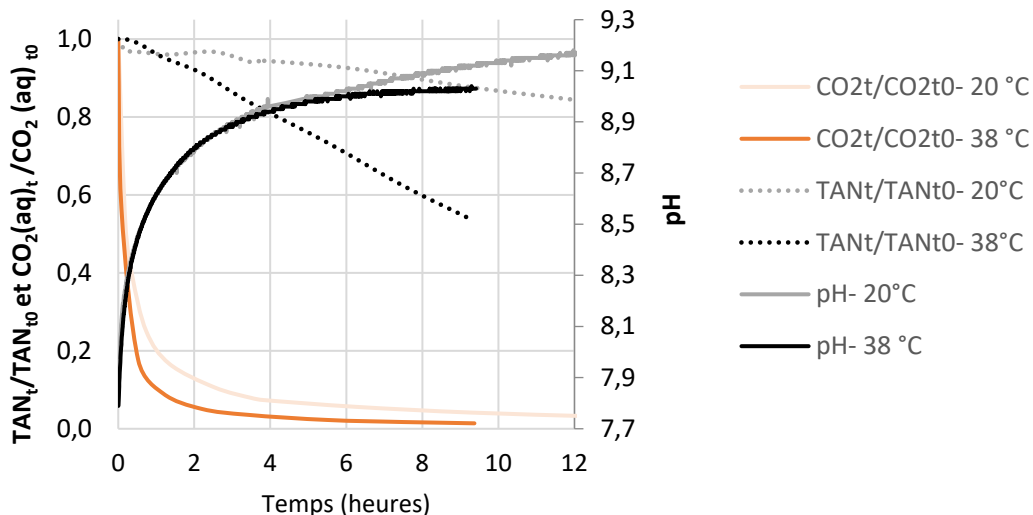


Figure 26 : Etape de préaération : évolution du pH et du rapport entre la concentration totale en azote ammoniacal et dioxyde de carbone dissous sur leurs concentrations initiales respectives pour différentes températures. Débit d'aération 95 vvh.

La Figure 27 illustre les évolutions du pH au cours du temps pour deux essais d'aération avec débits d'aération de 35 et 95 vvh sur le rétentat d'OI à température de 20 °C. Il est évident qu'un débit d'aération plus grand (95 vvh) permet une vitesse de stripping du CO_2 dissous et une augmentation du pH supérieur au débit plus faible (35 vvh).

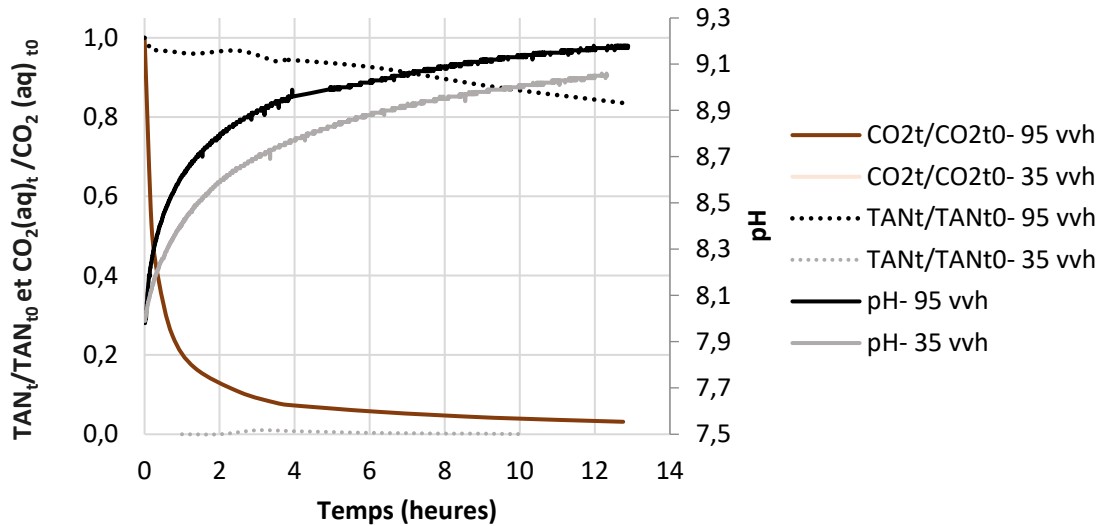


Figure 27 : étape de préaération : évolution du pH et du rapport entre la concentration totale en azote ammoniacal et dioxyde de carbone dissous sur leurs concentrations initiales respectives pour débits d'aération (35 et 95 vvh). Température 20°C.

L'augmentation du pH de l'effluent est fixée au pH de 9,3-9,4 où une augmentation de la température de travail permet d'attendre des résultats similaires au pH 11 (Figure 25). En effet, cette valeur du pH correspond à la valeur du pKa à la température de travail (21-25 °C) pour lesquels 50 % de l'azote ammoniacal est sous la forme NH_3 .

Dans les expériences de stripping de CO_2 réalisées, la seule aération ne permet pas d'atteindre le pH 9,3-9,4 ciblé. Nous avons donc ajouté un réactif basique, la soude, pour augmenter le pH après aération. Dans le cas du rétentat d'OI après aération (essai 95 vvh, température 20 °C), une consommation de 1,4 g de NaOH par litre d'effluent a été nécessaire (0,13 mol NaOH par mol N entrée) pour augmenter le pH de 8,97 jusqu'à 9,33. Si nous voulons monter jusqu'au pH 11 et donc ne pas réchauffer l'effluent, la quantité à ajouter serait de 13,8 g de NaOH par litre d'effluent (1,3 mol NaOH par mol N entrée) pour monter du pH 8,97 jusqu'à pH 11,02.

Les besoins de soude pour maximiser la fraction NH_3 sans l'étape de préaération et augmentation de température ont été aussi évaluées. Dans le cas où une étape de préaération n'était pas envisagée, cette consommation augmenterait à 22 g par litre d'effluent pour une augmentation du pH de 8,2 à 11,1.

Une optimisation de coût entre l'aération, le temps de séjour et donc la taille de l'installation, la température et l'ajout de réactif basique est nécessaire pour maximiser la forme NH_3 dans le prétraitement et donc obtenir des rendements d'extraction de l'azote ammoniacal acceptables.

3.2.4. Essais avec des effluents réels : installation échelle pilote

Le rendement d'extraction de l'azote ammoniacal contenu dans le perméat NF a été évalué dans l'installation pilote. Les résultats obtenus avec deux charges hydrauliques montrent des rendements de 89-90 %. Ces résultats sont comparés avec les expériences utilisant une solution synthétique du NH_4Cl dans la figure 10. En effet des rendements d'extraction sont comparables avec l'effluent synthétique mais, de la même façon qu'à l'échelle labo, il y a un léger écart entre les rendements d'extraction du perméat NF et la solution synthétique.

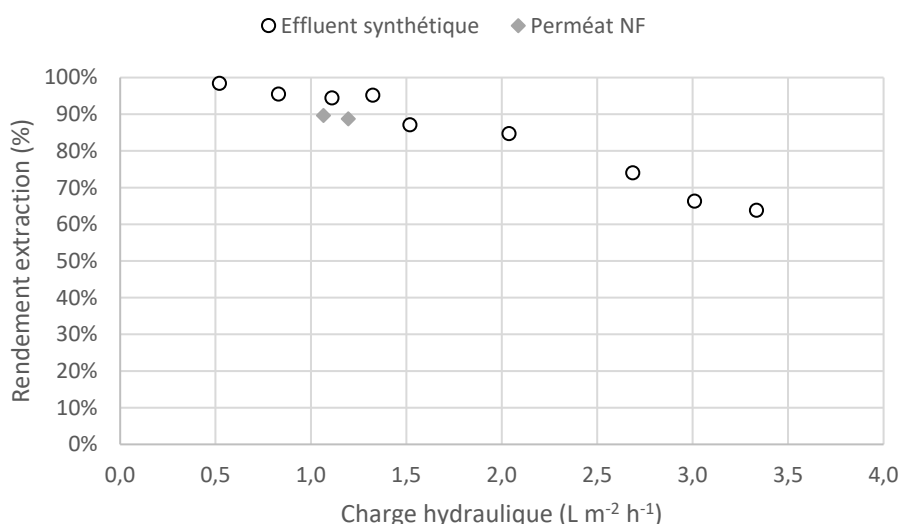


Figure 28 : Rendement d'Extraction de l'ammoniac (REA) en fonction de la charge hydraulique appliquée avec une solution synthétique de NH_4Cl ($pH < 12$) et le perméat de NF ($pH 11$).

L'étude de l'extraction de l'azote ammoniacal sur des effluents réels est en cours, les résultats seront valorisés dans la thèse sur la technologie TMCS menée au TBI.

3.3. Lot 3 : Production et qualification de fertilisants renouvelables

3.3.1. Recherche bibliographique sur les normes fertilisantes existantes

3.3.1.1. Préambule – abréviations et définitions utilisées

Le rapport bibliographique présentée ci-après est rédigé en décembre 2019. Il est ainsi nécessaire de vérifier si les textes cités sont toujours en vigueur au moment de leur lecture. Par ailleurs, il nous semble nécessaire de nous attarder sur certaines abréviations et définitions utilisées dans l'ensemble de l'étude. La partie suivante a donc vocation à définir certains acronymes et la plupart des termes techniques utilisés.

Abréviations

AMM : Autorisation de Mise sur le Marché
 CRPM : Code Rural et Pêche Maritime
 MAA : Ministère de l'alimentation et de l'agriculture
 MAFOR : Matière Fertilisantes d'Origine Résiduaire
 MF : Matière Fertilisante
 MFSC : Matière Fertilisante et Supports de Culture
 MO : Matière Organique
 MTES : Ministère de la Transition Écologique et Solidarité
 PNPP : Préparation Naturelle Peu Préoccupante
 PPP : Produit PhytoPharmaceutique
 SNUB : Substance Naturelle à Usage Biostimulant
 SPAn : Sous-Produit Animaux

Définitions

Biostimulant des végétaux (règlement européen 2019/1009)

Certaines substances, certains mélanges et certains micro-organismes, dénommés biostimulants des végétaux, ne sont pas, en tant que tels, des apports en éléments nutritifs, mais stimulent néanmoins les processus naturels de nutrition des végétaux. Lorsque ces produits visent uniquement à améliorer l'efficacité d'utilisation des éléments nutritifs des végétaux, la tolérance au stress abiotique, les caractéristiques qualitatives ou à augmenter la disponibilité des éléments nutritifs confinés dans le sol ou

la rhizosphère, ils sont par nature plus proches de fertilisants que de la plupart des catégories de produits phytopharmaceutiques. Leur action s'ajoute à celle des engrais afin d'optimiser l'efficacité de ces engrais et de réduire la dose d'apport en éléments nutritifs.

Ainsi, selon ce règlement, Un biostimulant des végétaux est un fertilisant UE ayant pour fonction de stimuler les processus de nutrition des végétaux indépendamment des éléments nutritifs qu'il contient, dans le seul but d'améliorer une ou plusieurs des caractéristiques suivantes des végétaux ou de leur rhizosphère :

- L'efficacité de l'utilisation des éléments nutritifs,
- La tolérance au stress abiotique,
- Les caractéristiques qualitatives,
- La disponibilité des éléments nutritifs confinés dans le sol et la rhizosphère »

Matière fertilisante (MF) (CRPM, L255-1)

Les matières fertilisantes sont des produits destinés à assurer ou à améliorer la nutrition des végétaux ou les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols.

Elles comprennent, notamment :

- Les engrais destinés à apporter aux plantes des éléments directement utiles à leur nutrition. Il peut s'agir d'éléments fertilisants majeurs ou secondaires ou encore d'oligo-éléments ;
- Les amendements destinés à modifier ou à améliorer les propriétés physiques, chimiques ou biologiques des sols ;
- Les matières dont la fonction, une fois appliquées au sol ou sur la plante, est de stimuler des processus naturels des plantes ou du sol, afin de faciliter ou de réguler l'absorption par celles-ci des éléments nutritifs ou d'améliorer leur résistance aux stress abiotiques.

Engrais

D'après le code rural et le décret n°80-478 du 16 juin 1980 (dit « décret étiquetage »), les engrais sont destinés à apporter aux plantes des éléments directement utiles à leur nutrition. Il peut s'agir d'éléments fertilisants majeurs ou secondaires ou encore d'oligo-éléments.

Le décret étiquetage ajoute que les matières fertilisantes dont la teneur en un des éléments fertilisants majeurs (N, P₂O₅ ou K₂O) est au moins égal à 3 % doivent être dénommés Engrais.

- Engrais minéral

NF U42-001-1 (2011) : engrais (également qualifié d'inorganique) dont les éléments nutritifs se trouvent sous la forme de minéraux obtenus par extraction ou par des procédés industriels physiques et/ou chimiques

NOTE Cette définition inclut les engrais azotés issus de la chimie de synthèse organique tels que l'urée et ses produits dérivés. La cyanamide calcique est également, par convention, classée dans les engrais minéraux. Le phosphate bicalcique d'os, la poudre d'os dégelatinés et les cendres sont, par nature, classés dans les engrais minéraux.

Règlement européen 2003/2003 (il n'est pas fait mention d'engrais minéral mais d'engrais inorganique) : un engrais dont les éléments fertilisants déclarés se trouvent sous la forme de minéraux obtenus par extraction ou par des procédés industriels physiques et/ou chimiques. Le cyanamide calcique, l'urée et ses produits de condensation et d'association, ainsi que les engrais contenant des oligoéléments chélatés ou complexés, peuvent, par convention, être classés dans la catégorie des engrais inorganiques.

- Engrais organique

Décret n°80-478 : engrais dont la totalité des éléments fertilisants a une origine organique, animale ou végétale.

Pr NF U42-001-2² : engrais dont la totalité des éléments nutritifs majeurs déclarés a une origine organique, animale et/ou végétale (liste fermée de 32 dénominations différentes).

- Engrais organo-minéral
- **Décret n°80-478** : mélanges d'engrais organiques et d'engrais minéraux. Ils doivent contenir au minimum 1 p. 100 d'azote d'origine organique.

² En attente de publication



- **Pr NF U42-001-3³** : Engrais simple azoté ou engrais composé contenant à la fois des matières azotées organiques d'origine animale ou végétale avec au moins 1% d'azote organique, et des matières fertilisantes minérales, et qui répond aux conditions suivantes :
 - Les matières azotées organiques d'origine animale ou végétale correspondent aux produits finis dénommés et spécifiés dans la norme NF U42-001-2 ou aux matières premières citées dans cette norme dès lors qu'elles ont subies le(s) traitement(s) ou le(s) processus de transformation définis dans le mode d'obtention d'un produit dénommé et spécifié dans cette norme.
 - Lorsque ces matières premières sont des amendements organiques, elles sont conformes à la norme NF U 44-051 et doivent respecter les obligations relatives aux dénominations de type 10 du paragraphe 5.1 ou du 12 du paragraphe 5.2 de la norme NF U42 001-2.
 - Les matières fertilisantes minérales correspondent aux produits finis dénommés et spécifiés dans la norme NF U42-001-1, aux matières premières citées dans cette norme dès lors qu'elles ont subies le(s) traitement(s) ou le(s) processus de transformation définis dans le mode d'obtention d'un produit dénommé et spécifié dans cette norme ou aux engrais minéraux concernés par le règlement (CE) n°2003/2003.

Préparation Naturelle Peu Préoccupante (PNPP) (CRPM, L253-1)

Une préparation naturelle peu préoccupante est composée exclusivement soit de substances de base (..) soit de substances naturelles à usage biostimulant. Elle est obtenue par un procédé accessible à tout utilisateur final.

Produit PhytoPharmaceutique (PPP) (Règlement européen 1107/2009)

Produits composés de substances actives, phytoprotecteurs ou synergistes, ou en contenant, et destinés à l'un des usages suivants :

- a) Protéger les végétaux ou les produits végétaux contre tous les organismes nuisibles ou prévenir l'action de ceux-ci, sauf si ces produits sont censés être utilisés principalement pour des raisons d'hygiène plutôt que pour la protection des végétaux ou des produits végétaux ;
- b) Exercer une action sur les processus vitaux des végétaux, telles les substances, autres que les substances nutritives, exerçant une action sur leur croissance ;
- c) Assurer la conservation des produits végétaux, pour autant que ces substances ou produits ne fassent pas l'objet de dispositions communautaires particulières concernant les agents conservateurs ;
- d) Détruire les végétaux ou les parties de végétaux indésirables, à l'exception des algues à moins que les produits ne soient appliqués sur le sol ou l'eau pour protéger les végétaux ; e) freiner ou prévenir une croissance indésirable des végétaux, à l'exception des algues à moins que les produits ne soient appliqués sur le sol ou l'eau pour protéger les végétaux.

Sous-Produits Animaux (SPAn) (Règlement européen 1069/2009)

Article 3 : cadavres entiers ou parties d'animaux, produits d'origine animale ou d'autres produits obtenus à partir d'animaux qui ne sont pas destinés à la consommation humaine.

Ce règlement les classes en 3 catégories selon leur risque pour la santé publique et animale. Les catégories 1 et 3 correspondent à des listes fermées de SPA, la catégorie 2 est une liste ouverte. Les catégories 1 et 2 sont considérées comme des SPA à haut risque sanitaire, la catégorie 3 à plus faible risque.

L'illustration ci-dessous résume ces classements et les devenir possible de ces SPA.

³ Il s'agit ici de la dernière définition proposée dans le cadre de la révision de la norme. Il s'agira donc de la vérifier dans la norme publiée.

Haut risque sanitaire		Faible risque
Catégorie 1 (C1)	Catégorie 2 (C2)	Catégorie 3 (C3)
<ul style="list-style-type: none"> • Risques « Vache folle » et autres maladies • Risques environnementaux • Substances interdites • DCT transports internationaux • etc 	<ul style="list-style-type: none"> • « Lisier » • Contenu de l'appareil digestif (matières stercoraires) • Limites de résidus dépassées • C3 « pas frais » • Poussins morts dans l'œuf, fœtus • etc 	<ul style="list-style-type: none"> • 16 sources provenant d'animaux aptes à l'abattage (sang, viande, plumes, graisses etc) • Matières d'IAA • Autres DCT, • etc
LISTE FERMEE(R.1069 – Article 8)	Liste OUVERTE (R.1069 – Art. 9)	Liste FERMEE(R.1069 – Article 10)
Devenir : R.1069 – Article 12	Devenir : R.1069-Art.13	Devenir : R.1069 – Article 14
=> Incinération	=> Cas général : Stérilisation puis méthanisation => C2 dérog : pasteurisation puis méthanisation => Digestat : retour au sol, filière engrais	=> Pasteurisation puis méthanisation => Digestat : retour au sol, filière engrais

Figure 29 : Classement des sous-produits animaux en 3 catégories (RCE 1069/2009) - Source : Impact et Environnement

Substances naturelles à usage biostimulant (SNUB) (CRPM, L253-1)

Une préparation naturelle peu préoccupante est composée exclusivement soit de substances de base (..) soit de substances naturelles à usage biostimulant. Les substances naturelles à usage biostimulant sont autorisées selon une procédure et une évaluation simplifiée, dont les modalités sont fixées par voie réglementaire. La procédure et l'évaluation sont adaptées lorsque la demande d'autorisation porte sur la partie consommable d'une plante utilisée en alimentation animale ou humaine.

Supports de culture (SC) (CRPM, L255-1)

Les supports de culture sont des produits destinés à servir de milieu de culture à certains végétaux et à leur permettre, par ancrage de leurs organes absorbants, d'être en contact avec les solutions nécessaires à leur croissance.

3.3.1.2. Recherche bibliographique : normes fertilisantes

Comme il l'a été évoqué lors de la partie consacrée à la méthodologie employée pour cette synthèse bibliographique sur les normes fertilisantes, l'étude est divisée en trois volets :

- Une première partie présente les grandes lignes la réglementation permettant la mise sur le marché des matières fertilisantes en France
- Une deuxième partie rend compte de la réglementation actuelle concernant la mise sur le marché de produits du même type que ceux issus du projet de recherche OMIX pour une valorisation agricole.
- Une troisième partie s'attache à détailler, pour chacun des produits issus du projet de recherche OMIX, la ou les voie(s) de mise sur le marché possible(s) pour une valorisation agricole.

3.3.1.3. Principes généraux de la mise sur le marché des matières fertilisantes en France

La réglementation encadrant le retour au sol des matières organiques en France est complexe et relève de la compétence de plusieurs Ministères (Agriculture, Écologie, Économie et Finances).

Pour en faciliter la compréhension, plusieurs programmes ont été lancés ces dernières années, dont par ex. :

- L'ADEME a financé la rédaction d'un guide "Le cadre réglementaire et juridique des activités agricoles de méthanisation et de compostage " (dernière révision janvier 2015). Une partie du guide est consacrée à la réglementation de la mise sur le marché des produits (téléchargement gratuit sur le site de l'ADEME)

- Le MAA a financé de 2012 à 2014 un programme pour faciliter la mise sur le marché des digestats VALDIPRO : analyse de produits, audits de site, rédaction de documents guides, documents consultables sur le site de l'association AILE⁴

Les "matières fertilisantes" sont des produits destinés à assurer ou à améliorer la nutrition des végétaux ou les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols.

Elles comprennent, notamment :

- 1 Les engrais destinés à apporter aux plantes des éléments directement utiles à leur nutrition. Il peut s'agir d'éléments fertilisants majeurs ou secondaires ou encore d'oligo-éléments ;
- 2 Les amendements destinés à modifier ou à améliorer les propriétés physiques, chimiques ou biologiques des sols ;
- 3 Les matières dont la fonction, une fois appliquées au sol ou sur la plante, est de stimuler des processus naturels des plantes ou du sol, afin de faciliter ou de réguler l'absorption par celles-ci des éléments nutritifs ou d'améliorer leur résistance aux stress abiotiques.

Les "adjuvants pour matières fertilisantes" sont des préparations qui modifient les qualités physiques, chimiques ou biologiques d'une matière fertilisante, à laquelle elles sont ajoutées en mélange extemporané.

Les "supports de culture" sont des produits destinés à servir de milieu de culture à certains végétaux et à leur permettre, par ancrage de leurs organes absorbants, d'être en contact avec les solutions nécessaires à leur croissance

Attention, ce sont des définitions FRANÇAISES pas toujours transposables ailleurs en Europe.

Les matières fertilisantes et supports de culture (MFSC) se distinguent des produits phytosanitaires ou produits de protection des plantes (PPP) de par leurs revendications et leurs réglementations.

Ainsi, les PPP sont utilisés afin d'aider les plantes à lutter contre des bio-agresseurs, il s'agit donc de produits/substances qui permettent de lutter contre des stress biotiques. Les MFSC sont apportés pour nourrir les plantes ou nourrir le sol. Certains de ces produits (communément appelés Biostimulants) permettent aussi de stimuler les processus de nutrition des végétaux et d'améliorer leur résistance aux stress abiotiques (sécheresse, salinité, température).

La réglementation permettant de mettre sur le marché des PPP est harmonisée au niveau européen en deux étapes : 1) il s'agit d'inscrire la substance active puis 2) de faire une demande d'Autorisation de mise sur le marché du produit formulé. Ces réglementations ne seront pas développées ultérieurement dans ce rapport, les textes de référence sont cités en début de rapport si le lecteur souhaite plus d'informations.

La réglementation permettant la mise sur le marché des MFSC est principalement nationale, exception faite pour certains engrais minéraux et amendements minéraux basiques pour lesquels il existe un texte harmonisé au niveau européen (RCE 2003/2003). Un nouveau règlement (RUE 2019/1009) permettant une mise sur le marché harmonisée en Europe, a été récemment publié, il concernera un grand nombre de fertilisants mais ne sera mis en application qu'en 2022.

Selon le Code rural (article L. 255-2) :

- L'importation,
- La détention en vue de la vente,
- La mise en vente,
- La vente,
- La distribution à titre gratuit,
- L'utilisation

Sur le territoire national, d'une matière fertilisante, d'un adjuvant pour matières fertilisante, d'un support de culture, est subordonnée à l'obtention d'une Autorisation de Mise sur le Marché = AMM (ou «homologation»). Cette AMM est délivrée sous réserve (entre autres), de la démonstration de :

- L'absence d'effet nocif sur la santé humaine, la santé animale et sur l'environnement
- L'efficacité, selon les cas, à l'égard des végétaux et produits végétaux ou des sols.

⁴ <https://www.aile.asso.fr/index.php/biogaz/valdipro/?lang=fr>



Aujourd'hui, 416 MFSC bénéficient aujourd'hui d'une AMM (source : ephy.anses.fr).

Conditions pour lesquelles certaines MFSC sont dispensées de l'obligation d'AMM (CRPM L255-5) :

- 1 MFSC conforme à une norme rendue d'application obligatoire par un arrêté,
- 2 MFSC conforme à un règlement de l'Union européenne,
- 3 MFSC conforme à un cahier des charges approuvé par voie réglementaire garantissant leur efficacité et leur innocuité,
- 4 Les substances naturelles à usage biostimulant,
- 5 Les déchets, résidus ou effluents valorisés en plan d'épandage (cf. Loi sur l'Eau ou Loi sur les installations classées pour la protection de l'environnement)
- 6 Les matières organiques brutes ou les supports de culture d'origine naturelle, livrés en l'état ou mélangés entre eux, obtenus à partir de matières naturelles sans traitement chimique et constituant des sous-produits d'une exploitation agricole ou d'un établissement non agricole d'élevage ou d'entretien des animaux lorsqu'ils sont cédés directement, à titre gratuit ou onéreux, par l'exploitant ou le responsable de l'établissement ;
- 7 Les MFSC qui ne sont pas destinés à être utilisés sur le territoire national ou à y être mis sur le marché.

Les procédures de demande d'autorisation de mise sur le marché, les normes rendues d'application obligatoire, les réglementations européennes et les cahiers des charges sont développées ci-après. Les autres voies de mises sur le marché sont hors de champs des préoccupations du projet OMIX et elles ne sont pas développées ici.

3.3.1.4. Les principales voies de mises sur le marché des matières fertilisantes en France

3.3.1.4.1. Les autorisations de mise sur le marché (AMM)

Les principaux textes de la procédure de demande d'AMM sont les suivants :

- L'arrêté du 21 décembre 1998 relatif à l'homologation des matières fertilisantes et des supports de culture
- CERFA 11385*01 et sa notice explicative
- CERFA 5064*1 : guide pour la constitution des dossiers de demande d'homologation matières fertilisantes, supports de culture

L'ANSES a rédigé en 2013 un document intitulé « Note d'information aux pétitionnaires – État des exigences scientifiques » qui décrit le cadre et le contenu d'une demande d'AMM.

Aujourd'hui, la Direction de l'Évaluation des Produits Réglementaire (DEPR) de l'ANSES, conjointement avec des experts extérieurs à l'Agence, évalue les dossiers de demande d'AMM, et rédige un rapport d'évaluation rendu public. Sur la base de ce rapport, la Direction des Autorisations de Mise sur le Marché (DAMM) délivre la décision d'AMM, elle aussi rendue public sur le site internet de l'ANSES. Cette décision est valable 10 ans mais peut à tout moment être modifiée ou retirée.

Ce dossier comporte trois parties :

- 1 Un formulaire CERFA avec les coordonnées du fabricant et du responsable de sa mise sur le marché, et qui résume les caractéristiques du produit, son usage, ses revendications et son mode de fabrication.
- 2 Un dossier administratif qui contient principalement une fiche d'information sur le produit et des attestations d'approvisionnement et de fourniture.
- 3 Un dossier technique qui est au cœur de l'évaluation du produit.

Ce dossier technique comporte lui aussi trois parties :

- a) La qualité de la production : présentation des matières premières, description de procédé de fabrication et du système de management de la qualité de la production et étude de la constance de composition



- b) La démonstration de l'innocuité du produit dans ses conditions d'usage : identification des dangers et estimations des risques vis à vis de l'utilisateur, du consommateur et de l'environnement
- c) La démonstration de l'efficacité du produit dans ses conditions d'usage : selon les produits, ces démonstrations peuvent s'appuyer sur des flux d'éléments nutritifs apportés au sol, sur des résultats d'essais agronomiques réalisés dans des conditions contrôlées (serre, laboratoire) ou les conditions réelles d'utilisation (essais en champ). Chaque revendication d'efficacité doit s'appuyer sur une démonstration scientifique et statistique.

Ces AMM sont valables :

- Pour une liste finie de matières premières
 - Si le producteur souhaite changer les matières premières (provenance et/ou nature) il doit en informer l'administration et démontrer que cela n'affecte pas les caractéristiques du produit.
- Pour un produit ou un ensemble de produits

Les ensembles de produits concernent les installations dont :

 - Les matières premières ont des proportions qui varient au cours de l'année (sans jamais être à 0%) ou dont les compositions varient au cours de l'année
 - Ou dont le procédé induit des variations significatives des caractéristiques du produit fini.

Il est alors possible de garantir non pas une valeur fixe pour un paramètre donné mais une fourchette comme dans l'exemple ci-après :

Teneurs garanties retenues (sur produit brut)		
Paramètres déclarables	Valeur minimum	Valeur maximum
Matière sèche	3 %	8 %
N total	0,2 %	0,8 %
P ₂ O ₅ total	0,1 %	0,4 %
K ₂ O total	0,1 %	0,6 %
Mentions obligatoires		
N ammoniacal	-	-
N organique	-	-
Cu	-	-
Zn	-	-

- Pour un ou plusieurs sites de fabrication

Initialement, les AMM n'étaient délivrées que pour un unique site de production, et ainsi, si un nouveau site était construit ailleurs et souhaitait mettre en œuvre le même procédé sur des matières premières identiques, le producteur devait faire une nouvelle demande d'AMM.

Avec les évolutions réglementaires souhaitées pour les fertilisants issus de site de méthanisation, il est aujourd'hui possible de construire un « dossier collectif ». Ce dossier de demande d'AMM concernera alors plusieurs unités, en fonctionnement ou en projet. Ces unités doivent toutes fabriquer le même produit (ou ensemble de produits) et donc avoir :

- Les mêmes catégories de matières premières,
- Le même procédé de fabrication,
- Et ainsi avoir un produit identique avec des revendications et des usages agronomiques identiques.

Dans tous les cas, les démonstrations de constance de composition, d'innocuité et d'efficacité doivent se baser sur des résultats analytiques obtenus sur des échantillons du produit (ou de l'ensemble de produits) objet de la demande d'AMM et non sur la base de publications scientifiques. Il faut donc avoir une unité de production en fonctionnement ou pouvoir reproduire l'ensemble du processus de fabrication à une échelle pilote.

Démonstration de l'innocuité

L'estimation des risques se base, entre autres, sur des calculs de flux en ETM (éléments traces métalliques) et CTO (composés traces organiques) afin de vérifier si, compte tenu des doses d'apport, les quantités de polluants arrivant au sol ne dépassent pas les valeurs seuils définies dans le CERFA 50644 et repris par la note aux pétitionnaires de l'ANSES.

Les valeurs indiquées ci-dessous correspondent soit aux textes en vigueur soit à des textes qui sont en projet (actualisation du « Guide aux pétitionnaires » de l'ANSES). D'autre part, un « socle commun » des critères d'innocuité pour les produits et les déchets devrait être publié courant 2020.

Tableau 17 : *Éléments Traces Métalliques – Valeurs seuils dans les matières fertilisantes et flux maximaux annuels – Valeurs actuelles et prévisionnelles⁵*

ETM	Flux maximaux annuels moyens sur 10 ans (en g/ha/an) – valeurs en vigueur ¹	Flux maximaux annuels moyens sur 10 ans (en g/ha/an) – valeurs prévisionnelles ²	Teneurs maximales (mg/kg MS) – valeurs prévisionnelles
As	90	90	40
Cd	15	2	1
Cr VI			2
Cr total	600	600	120
Cu	1 000 *	1 000 *	300 *
Hg	10	10	1
Ni	300	300	50
Pb	900	900	120
Se	60		
Zn	3 000 *	3 000 *	800 *

* : sauf en cas de besoin reconnu, en accord avec la réglementation en vigueur sur les oligo-éléments

1 : par apport, le flux maximal ne doit pas dépasser 3 fois les valeurs indiquées

2 : par apport, le flux maximal ne doit pas dépasser 3 fois les valeurs indiquées, l'apport est alors réalisé tous les 3 ans

Tableau 18 : *Composés Traces Organiques - Flux maximaux annuels moyens sur 10 ans (g/ha) en vigueur et prévisionnelles, et teneurs maximales prévisionnelles⁶*

Composés Traces Organiques	Flux maximaux annuels moyens sur 10 ans (g/ha/an) – valeurs en vigueur et prévisionnelles	Teneur maximale (mg/kg MS) – valeurs prévisionnelles**
Poly Chloro Biphényles (PCB)		
Congénère 28 ou 52 ou 101 ou 118 ou 138 ou 153 ou 180	0,3	
Total des 7 principaux congénères (28 + 52 + 101 + 118 + 138 + 153 + 180)	1,2	
Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)		
Fluoranthène	6,0	
Benzo(b)fluoranthène	4,0	
Benzo(a)pyrène	2,0	
Somme de 16 HAP *		6,0

* : Naphthalène, acénaphthylène, acénaphthène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo[a]anthracène, chrysène, benzo[b]fluoranthène, benzo[k]fluoranthène, benzo[a]pyrène, indeno[1,2,3-cd]pyrène, dibenzo[a,h]anthracène et benzo[ghi]pérylène ** : il n'y a pas de teneur maximale en vigueur actuellement.

D'autres éléments doivent être pris en compte afin de vérifier que les risques pour l'environnement puissent être considérés comme acceptables (liste non exhaustive).

- La lixiviation de l'azote sous forme de nitrate (NO₃-)

Ainsi, un essai de minéralisation potentielle de l'azote est réalisé en conditions contrôlées de laboratoire afin d'estimer la quantité d'azote sous forme organique qui sera minéralisée sous forme nitrite. Une méthode normalisée (XP U 44-163) permet de mettre en œuvre cet essai.

- L'écotoxicité du produit.

Pour des fertilisants organiques, souvent obtenus à partir d'un mélange de différentes matières premières complexes, il est impossible techniquement de les caractériser dans leur totalité. Des résultats d'essai d'écotoxicité permettent donc mieux d'appréhender les risques pour les écosystèmes aquatiques et

⁵ Les valeurs « prévisionnelles » sont issues de la saisine 2018-SA-0200 de l'ANSES datée du 2 août 2019.

⁶ Les valeurs « prévisionnelles » sont issues de la saisine 2018-SA-0200 de l'ANSES datée du 2 août 2019.



terrestres, en lien avec l'usage du produit. A ce jour, l'ANSES ne propose pas de liste d'essais à réaliser, il est laissé le choix au pétitionnaire de mettre en œuvre les essais et démonstrations qu'il juge comme pertinents en fonction des dangers identifiés et de l'usage du produit.

Les risques pour les utilisateurs sont évalués en fonction des caractéristiques physico-chimiques des produits : pH, granulométrie, ...

Les risques pour les consommateurs sont particulièrement difficiles à évaluer du fait de la complexité de la composition de certaines matières fertilisantes organiques. Se pose alors la question du choix de substances « marqueurs » qu'il s'agirait de suivre dans les plantes et dans les parties consommables. La stratégie porte aujourd'hui sur la mise en place de restrictions d'usage proposées par l'ANSES, telles que l'interdiction d'apporter le produit sur des prairies pâturées, des cultures légumières, après l'apparition des parties consommables, etc...

Démonstration de l'efficacité, des bénéfices

Différentes approches peuvent être possible selon les effets/revendications que l'on souhaite mettre en avant.

D'après la note aux pétitionnaires (2013), « l'efficacité des produits est considérée comme démontrée lorsque l'effet revendiqué a pu être mis en évidence et quantifié de manière statistiquement significative et reproductible dans les conditions d'emploi préconisées (CEP). Toutefois, lors d'une première demande d'autorisation, il peut être admis de démontrer uniquement l'efficacité potentielle du produit à l'aide de données bibliographiques pertinentes, des caractéristiques intrinsèques du produit si l'agent de l'effet est clairement identifié, et/ou d'essais en conditions contrôlées. Néanmoins dans ce cas seule une Autorisation Provisoire de Vente pourra être envisagée dans l'attente de la démonstration de l'efficacité réelle du produit, dans les CEP. ».

Aujourd'hui, les autorisations provisoires de vente n'existent plus. Les autorisations sont délivrées pour 10 ans mais elles peuvent être assorties de demandes « post AMM » dont les réponses doivent être apportées dans un temps précisé par l'ANSES dans sa décision. Ainsi, des essais en conditions contrôlées ou une démonstration de l'efficacité potentielle peuvent être suffisants dans un premier temps pour obtenir une AMM. Celle-ci peut se baser sur des flux d'apport en éléments nutritifs.

Tableau 19 : Élément d'appréciation de l'efficacité potentielle⁷

Éléments	Flux minimal (kg/ha/an) – en vigueur	Flux minimal (kg/ha/apport) au sol – prévisionnel
N	30	
P2O5	30	
K2O	30	
MgO	30	
CaO	300	
Valeur neutralisante	300 (en équivalent CaO)	
B	0,40	
Co	0,05	
Cu	0,40	
Fe	50	
Mn	10	
Mo	0,05	
Zn	1,0	

Des arbres de décisions et des conseils pour la réalisation des essais d'efficacité (en conditions contrôlées ou dans les conditions d'emploi préconisées) sont décrits par l'ANSES.

Principes décrits sur les critères d'efficacité

- Répétitions
- Traitements statistiques
- Témoin négatif (voir positif si possible)

⁷ Ces valeurs sont aussi utilisées pour le marquage des produits. Ainsi, si ce flux est atteint, l'élément fertilisant correspondant doit être mentionné sur l'étiquette ou le document accompagnant le produit (ainsi que sa teneur dans le produit brut).

Amendement organique :

- Persistance de la MO dans les sols : minéralisation potentielle du carbone (XP U 44-163) et ISMO (XP U 44-162)
- Impact sur les propriétés des sols (indicateurs microbiens, ...)

Amendement basique :

- Augmentation du pH suite à apport sur sol acide (Effet alcalinisant par incubation) (EN 14 984)

Engrais :

- Libération des éléments nutritifs sous une forme assimilable par les plantes (Minéralisation potentielle de l'azote, Biodisponibilité)
- Biodisponibilité pour les plantes

Tableau 20 : État des lieux des fertilisants issus de site de méthanisation ayant obtenus une AMM

Resp. MM Nom produit	Type de produit	Pilote / en fonctionnement	Individuel / collectif	Date AMM
Géotexia GéoNorgP	Amendement organique NP, oligoéléments	en fonctionnement	individuel	févr-14
Géotexia Fertixia NS	Engrais organo-minéral NS	en fonctionnement	individuel	févr-14
Géotexia Retexia NK	Engrais organo-minéral NK	en fonctionnement	individuel	févr-14
Helioprod Equidor	Amendement organique – Engrais (NPK) (ensemble)	pilote	collectif	avr-15
Agrivalor Energie Méthafertil	Engrais organo-minéral liquide NPK (ensemble)	en fonctionnement	collectif	sept-15
SAS Biogasyf Fertipalm	Engrais organo-minéral N (ensemble)	en fonctionnement	individuel	janv-16
SEDE Benelux Digestat séché	Amendement organique du sol	??	??	juin-16
SEDE Benelux Digestat GLDC	Amendement organique	??	??	01_2018
<i>TEREOS France FERTIVINA</i>	<i>Engrais organique liquide NK(S)</i>	<i>en fonctionnement</i>	<i>individuel</i>	<i>mai-18</i>
TIPER METHANISATION FERTIDIL	Engrais organique à basse teneur en N et K	en fonctionnement	collectif	oct-18
TIPER METHANISATION FERDISOL	Amendement organique à basse teneur en N, P et K	en fonctionnement	collectif	oct-18
TIPER METHANISATION FERDISOL PLUS	Amendement organique à basse teneur en N, P et K	en fonctionnement	individuel	oct-18
TIPER METHANISATION FERDISOL DEUX PLUS	Amendement organique à basse teneur en N, P et K	en fonctionnement	individuel	oct-18
CAP SEINE Cap'ORG NPKS	Amendement organique	en fonctionnement	individuel	août-19



FERTIXIA-NS	Engrais NS	Concentrat d'osmose inverse du filtrat d'ultrafiltration de la fraction liquide du digestat brut
GEONORGP	Amendement organique - engrais NP, avec oligoéléments	Fraction solide du digestat brut, non séchée, non compostée
RETEXIA NK	Engrais organo-minéral NK	Retentat d'ultrafiltration de la fraction liquide du digestat brut
EQUIDOR	Amendement organique -Engrais (NPK)	Fraction solide du digestat brut séché
METHAFERTIL	Engrais organo-minéral NPK	Digestat brut, non séché, non composté
FERTIPALM	Engrais organo-minéral N	Digestat brut non séché, non composté
DIGESTAT SECHE	Amendement organique du sol	Fraction épaisse de digestat séché
DIGESTAT GLDC	Amendement organique	Digestat solide, mélange de la fraction solide déshydratée et des boues de décarbonations issues de la fraction liquide – non composté
FERTIDIL	Engrais organique à basse teneur en N et K	Phase liquide du digestat brut (presse à vis)
FERDISOL	Amendement organique à basse teneur en N, P et K	Phase solide du digestat brut (presse à vis)
FERDISOL PLUS	Amendement organique à basse teneur en N, P et K	Mélange de la fraction solide du digestat brut (58%) et de la boue épaisse (42%) issue de la centrifugation de la phase liquide du digestat brut - Digestat non séché, non composté
FERDISOL DEUX PLUS	Amendement organique à basse teneur en N, P et K	Mélange de la fraction solide du digestat brut (48%) et de la boue épaisse (34%) issue de la centrifugation de la phase liquide du digestat brut et du concentrat d'évaporation (18%) issu du filtrat obtenu suite à la centrifugation de la phase liquide du digestat brut- Digestat non séché, non composté
CAP'ORG NPKS	Amendement organique	Digestat liquide brut
FERTIVINA	Engrais organique liquide NK(S)	Mélange de vinasses de betteraves et de vinasses de betteraves méthanisées

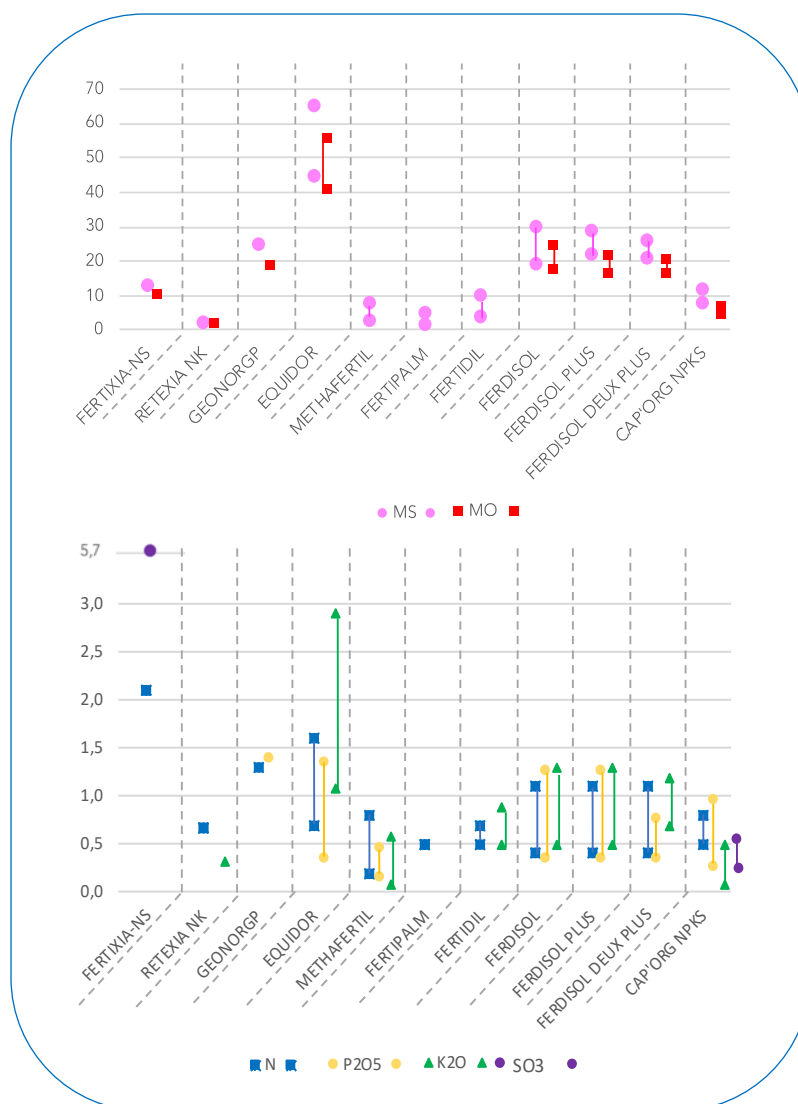


Figure 30 : Caractéristiques agronomiques des fertilisants issus de site de méthanisation ayant obtenus une AMM

3.3.1.4.2. Norme rendue d'application obligatoire par un arrêté

La majorité des MFSC sont mis sur marché par cette voie déclarative, conformément à des normes rendues d'application obligatoire. Ces normes regroupent des produits dits « historiques », connus du législateur et des utilisateurs. Selon la date d'édition de la norme, les exigences sur les matières premières autorisées, les modes d'obtention, les spéciations et les critères d'innocuité sont plus ou moins exigeants et/ou détaillés. Ces normes sont publiées et homologuées par l'AFNOR puis rendues d'application obligatoire via un arrêté interministériel. Elles sont régulièrement révisées ou amendées en fonction des progrès techniques et scientifiques, des besoins du marché et des orientations politiques des ministères concernés.

Le responsable de la mise sur le marché n'a aucune démarche à faire auprès des autorités ou administrations pour mettre sur le marché son produit selon l'une de ces normes. Il est de sa responsabilité de vérifier qu'il est bien conforme au texte. On parle alors de système déclaratif en opposition à un système d'enregistrement (comme pour les demandes d'AMM).

Les revendications qu'il pourra mettre en avant sont cadrées par le texte de la norme, le marquage est lui aussi contraint.

Ces textes sont rédigés à la demande d'un ou plusieurs industriels, par un groupe d'experts qui se réunit au sein du BNFerti (Bureau de normalisation des matières fertilisantes). Ce sont des normes « DSM » car :

- Elles décrivent les types de produits pouvant être mis sur le marché par cette voie (Dénomination)
- Elles décrivent les caractéristiques que doivent respecter ces produits (Spécification)
- Elles décrivent le marquage réglementaire (Marquage)

Les textes sont en accès libre sur le site de la boutique de l'AFNOR (lecture seule à l'écran) et peuvent être achetés.

A ce jour, 26 textes de norme sont rendus d'application obligatoire et donc permettent la mise sur le marché :

- D'engrais (minéraux ou organiques ou organo-minéraux, solide et liquide, contenant des éléments majeurs et des oligoéléments, ...),
- D'amendements minéraux, organiques ou mixtes
- De supports de culture
- Et d'additifs agronomiques.

Seules les normes qui pourraient concerner les matières fertilisantes issues du projet OMIX sont présentées ci-après (Engrais minéraux, engrais organique, amendements organiques).

Normes françaises homologuées

NF U 42-001 (décembre 1981). Engrais. - Dénominations et spécifications.
NF U 42-001/A10 (décembre 2009). Engrais. - Dénominations et spécifications.
NF U 42-001/A11 (janvier 2014). Engrais. - Dénominations et spécifications.
NF U 42-001/A12 (mai 2015). Engrais. - Dénominations et spécifications.
NF U 42-001-1 (octobre 2011). Engrais. - Dénominations et spécifications. - Partie 1 : engrais minéraux.
NF U 42-002-1 (novembre 1990). Engrais - Engrais à teneur(s) déclarée(s) en oligo-élément(s) destinés à être apportés au sol - Partie 1 : oligo-élément(s) sous forme de combinaison(s) chimique(s) exclusivement minérale(s). Dénominations et spécifications.
NF U 42-002-2 (juin 1992). Engrais - Engrais à teneur(s) déclarée(s) en oligo-élément(s) destinés à être apportés au sol - Partie 2 : oligo-élément(s) sous forme de combinaison(s) organique(s). Dénominations et spécifications.
NF U 42-003-1 (novembre 1990). Engrais - Engrais à teneur(s) déclarée(s) en oligo-élément(s) pour pulvérisation foliaire. Partie 1 : oligo-élément(s) sous forme de combinaison(s) chimique(s) exclusivement minérale(s). Dénominations et spécifications.
NF U 42-003-2 (juin 1992). Engrais - Engrais à teneur(s) déclarée(s) en oligo-élément(s) pour pulvérisation foliaire. Partie 2 : oligo-élément (s) sous forme de combinaison(s) organique(s). Dénominations et spécifications.
NF U 42-004 (juillet 2008). Engrais - Engrais pour solutions nutritives minérales. - Dénominations et spécifications.
NF U 42-005 (octobre 1994). Engrais - Acides minéraux pour ajustement du pH des solutions nutritives minérales répondant à la norme NF U 42-004. - Dénominations et spécifications.
NF U 42-006 (octobre 1994). Engrais - Produits alcalinisants pour ajustement du pH des solutions nutritives minérales répondant à la norme NF U 42-004. - Dénominations et spécifications.
NF U 44-001 (août 2017). Amendements minéraux basiques. - Exigences et spécifications techniques.
NF U 44-003 (juillet 2015). Amendements Basiques contenant des matières d'intérêt agronomiques issues du traitement biologique des eaux.
NF U 44-051 (avril 2006). Amendements organiques. - Dénominations, spécifications et marquage.
NF U 44-051/A1 (décembre 2010). Amendements organiques. - Dénominations, spécifications et marquage.
NF U 44-051/A2 (mars 2018). Amendements organiques. - Dénominations, spécifications et marquage.
NF U 44-095 (mai 2002). Amendements organiques - Composts contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux.
NF U 44-095/A1 (octobre 2008). Amendements organiques - Composts contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux
NF U 44-203 (mars 2012). Matière fertilisante ayant des caractéristiques mixtes - Amendements minéraux basiques. - Engrais. - Dénominations et spécifications.
NF U 44-204 (mai 2015). Matière fertilisante avec additif agronomique. - Dénominations et spécifications.
NF U 44-295 (août 2017). Matière fertilisante ayant des caractéristiques mixtes - Amendement organique - Engrais - Composts contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux ayant une teneur en P2O5 supérieure ou égale à 3 %.
NF U 44-551 (mai 2002). Supports de culture. - Dénominations, spécifications, marquage.
NF U 44-551/A1 (février 2004). Supports de culture. - Dénominations, spécifications, marquage.
NF U 44-551/A3 (janvier 2008). Supports de culture. - Dénominations, spécifications, marquage.
NF U 44-551/A4 (décembre 2009). Supports de culture. - Dénominations, spécifications, marquage.

NOTA : Les dates indiquées entre parenthèses correspondent aux dates de prise d'effet de l'homologation des normes par l'AFNOR.

Figure 31 : Extrait de l'annexe I de l'arrêté du 22 janvier 2019 modifiant l'arrêté du 5 septembre 2003 portant mise en application obligatoire de normes

Cette voie de mise sur le marché est économiquement plus avantageuse que l'obtention d'une AMM. En effet, comme indiqué précédemment, aucune autorisation n'est nécessaire et la surveillance du produit (analyses des paramètres garanties et de paramètres d'innocuité) est presque identique que pour les matières fertilisantes mises sur le marché sous AMM.

De plus, cette mise sur le marché est possible temps que la norme est rendue d'application obligatoire, alors que les AMM sont remises en question tous les 10 ans.

Cependant, ces normes concernent donc principalement des produits connus. Une matière fertilisante obtenue à partir d'un procédé innovant, ou à partir de certaines matières premières, peut ne pas être citée dans les normes en vigueur. Il est alors possible de solliciter le BNFerti pour la création d'une nouvelle norme ou d'un amendement à une norme actuelle, ou de passer par la voie de l'AMM.

Les normes : innocuité

Remarque : les critères d'innocuité pour les produits et déchets vont évoluer en 2020. Les ministères concernés devraient publier un « socle commun » qui imposera des exigences minimums pour les déchets et les produits qui sont valorisés en agriculture. Selon le niveau d'exigences, les seuils des normes (cités après) pourront être modifiés. Les valeurs ne sont pas connues à ce jour, mais, pour les produits, ils devraient se rapprocher des teneurs maximales sur règlement 2019/1009.

Tableau 21 : Valeur limites en éléments traces métalliques (ETM) de certaines matières fertilisantes (mg/kg MS) dans des textes réglementaires en vigueur

ETM	Amendements organiques (NF U44-051)*	Engrais minéraux (NF U42-001-1)	Engrais organiques (NF U42-001/A10)	Cahiers des charges méthanisation	Teneurs limites prévisionnelles probables
As	18	60	60	18	40
Cd	3	90 mg/kg P2O5	3	3 / 1,5	1
Cr VI			2 (en projet)	- / 2	2
Cr total	120	120	120	120	120
Cu	300		300	600	300
Hg	2	2	2	2	1
Ni	60	120	120	60	50
Pb	180	150	150	180	120
Se	12			12	
Zn	600		1000	1500	800

* : hors contexte de l'île de la Réunion pour laquelle des valeurs spécifiques existent.

Tableau 22 : Valeur limites en HAP de certaines matières fertilisantes (mg/kg MS) dans des textes réglementaires en vigueur

	Amendements organiques (NF U44-051)	Cahiers des charges méthanisation (Agri 2 et Agri 3)
Fluoranthène	6	
Benzo(b)fluoranthène	4	
Benzo(a)pyrène	2	
Somme de 16 HAP*		6

* : Naphthalène, acénaphthylène, acenaphthène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo[a]anthracène, chrysène, benzo[b]fluoranthène, benzo[k]fluoranthène, benzo[a]pyrène, indeno[1,2,3-cd]pyrène, dibenzo[a,h]anthracène et benzo[ghi]pérylène

Tableau 23 : Valeur limites en inertes et indésirables

NF U44-051 - Cahiers des charges méthanisation (Agri 2 et Agri 3)	
Films + PSE > 5mm	< 0,3% MS
Autres plastiques > 5mm	< 0,8% MS
Verres + métaux >2mm	< 2,0% MS

La mise sur le marché de matières fertilisantes conformément à une norme rendue d'application obligatoire est une exception réglementaire par rapport à la voie de mise sur le marché de base qui est l'homologation. Mais dans les faits, plus de 85% des matières fertilisantes et supports de cultures mis sur le marché en France le sont par cette voie.

Les normes : efficacité

Selon les normes, des seuils minimaux ou maximaux existent pour les éléments nutritifs majeurs N, P et K. Ainsi, les amendements organiques sont des matières fertilisantes qui ont des teneurs maximales sont les suivantes :

- N ou P2O5 ou K2O < 3% sur la MB
- Somme de N, P2O5, K2O < 7% sur la MB

Dans le cas où l'une des situations n'est pas vérifiée, la matière n'est plus considérée comme un amendement organique, et peut être un engrais (si les autres conditions de la norme référente sont vérifiées).

3.3.1.4.3. Les réglementations européennes

Il n'existe à ce jour qu'un seul règlement harmonisé en vigueur au niveau européen qui permet la mise sur le marché de certaines matières fertilisantes (RCE 2003/2003) : des engrais minéraux, des amendements minéraux basiques et des inhibiteurs d'uréase et de nitrification.

Un nouveau règlement UE n°2019/1009 a été publié au Journal Officiel de l'Union Européenne le 25 juin 2019. Il établit les règles relatives à la mise à disposition sur le marché des fertilisants UE, il modifie les règlements (CE) n°1069/2009 et (CE) n°1107/2009 et abroge le règlement (CE) n°2003/2003. Ce texte est novateur car il ne s'agit plus d'un système dénomination-spécification-marquage mais d'une liste de matières entrantes (dénommé « catégories de matières constitutives » ou CMC) à partir desquelles il est possible d'obtenir un produit fini, donc un fertilisant UE (dénommés « catégories fonctionnelles de produits » ou PFC). Les possibilités semblent donc beaucoup plus importantes que dans les systèmes réglementaires précédents. Ce texte n'étant applicable qu'à partir du 16 juillet 2022, il n'est donc pas possible de mettre sur le marché des fertilisants UE conformément à ce règlement avant cette date.

Catégories de matières constitutives (CMC) autorisées :

- CMC 1 : Substances et mélanges à base de matières vierges
- CMC 2 : Végétaux, parties de végétaux ou extraits de végétaux
- CMC 3 : Compost
- CMC 4 : Digestat issu de cultures végétales
- CMC 5 : Digestat autre qu'issu de cultures végétales
- CMC 6 : Sous-produits de l'industrie alimentaire
- CMC 7 : Micro-organismes
- CMC 8 : Polymères nutritifs
- CMC 9 : Polymères autres que des polymères nutritifs
- CMC 10 : Produits dérivés au sens du règlement (CE) n°1069/2009 (liste vide à ce jour)
- CMC 11 : Sous-produits au sens de la directive 2008/98/CE.

PFC possibles :

1. Engrais
 - A. Engrais organique
 - B. Engrais organo-minéral
 - C. Engrais inorganique
2. Amendement minéral basique
3. Amendement du sol
 - A. Amendement organique du sol
 - B. Amendement inorganique du sol
4. Support de culture
5. Inhibiteur
 - A. Inhibiteur de nitrification
 - B. Inhibiteur de dénitrification
 - C. Inhibiteur d'uréase
6. Biostimulant des végétaux
 - A. Biostimulant microbien des végétaux
 - B. Biostimulant non microbien des végétaux
7. Combinaison de fertilisants

Certaines PFC et CMC sont assorties de critères d'innocuité et/ou d'efficacité. Le règlement précise aussi les règles en matière d'étiquetage, de tolérances, ainsi que les procédures d'évaluation de la conformité. Ainsi, certains digestats pourront donc être utilisés pour la fabrication d'un fertilisant UE. Ces CMC ont une liste fermée d'intrants et ne peuvent être obtenues que dans certaines conditions de méthanisation.

Liste des intrants autorisés pour les CMC 4 & 5 :

- CMC 4 : DIGESTAT ISSU DE CULTURES VÉGÉTALES

1. Un fertilisant UE peut contenir un digestat obtenu par digestion anaérobie exclusivement d'un ou de plusieurs des intrants suivants :

- a) Des végétaux ou des parties de végétaux cultivés pour la production de biogaz. Aux fins du présent point, le terme « végétaux » inclut les algues et exclut les algues bleues (cyanobactéries) ;
- b) Des additifs de digestion qui sont nécessaires pour améliorer l'efficacité du procédé ou la performance environnementale de la digestion (cf. le texte du règlement pour les détails des critères imposés à ces additifs : enregistrement conformément au règlement REACH, concentration totale de tous les additifs n'excède pas 5 % du poids total des intrants) ;
- c) Toute matière visée au point a) qui a précédemment été digérée.

- CMC 5 : DIGESTAT AUTRE QU'ISSU DE CULTURES VÉGÉTALES

1. Un fertilisant UE peut contenir un digestat obtenu par digestion anaérobie d'un ou de plusieurs des intrants suivants exclusivement :

- a) Des biodéchets au sens de la directive 2008/98/CE⁸, collectés séparément à la source ;
- b) Des produits dérivés visés à l'article 32 du règlement (CE) n° 1069/2009, pour lesquels le point final de la chaîne de fabrication a été déterminé conformément à l'article 5, paragraphe 2, troisième alinéa, dudit règlement ;
- c) Des organismes vivants ou morts ou des parties de ceux-ci, qui ne sont pas traités ou qui sont traités uniquement par des moyens manuels, mécaniques ou gravitationnels, par dissolution dans l'eau, par flottation, par extraction à l'eau, par entraînement à la vapeur ou par chauffage dans le seul but d'éliminer l'eau, ou qui sont extraits de l'air par un quelconque moyen, à l'exception :
 - De la fraction organique des déchets ménagers municipaux en mélange, séparée par traitement mécanique, physicochimique, biologique et/ou manuel,
 - Des boues d'épuration, des boues industrielles ou des boues de dragage,
 - Des sous-produits animaux ou produits dérivés relevant du champ d'application du règlement (CE) n° 1069/2009, pour lesquels aucun point final de la chaîne de fabrication n'a été déterminé conformément à l'article 5, paragraphe 2, troisième alinéa, dudit règlement ;
- d) Des additifs de digestion qui sont nécessaires pour améliorer l'efficacité du procédé ou la performance environnementale de la digestion, (cf. le texte du règlement pour les détails des critères imposés à ces additifs : enregistrement conformément au règlement REACH, concentration totale de tous les additifs n'excède pas 5 % du poids total des intrants)
- e) Toute matière énumérée au point a), b) ou c) qui :
 - A précédemment été compostée ou digérée, et
 - Ne contient pas plus de 6 mg/kg de matière sèche de HAP 16

Conditions de méthanisation (CMC 4 et CMC 5) :

La digestion anaérobie a lieu dans une installation :

- a) Dans laquelle les lignes de production pour la transformation d'intrants visés au point 1 sont clairement séparées des lignes de production pour la transformation d'intrants autres que ceux visés au point 1, et
- b) Qui permet d'éviter le contact physique entre les intrants et les matières produites, y compris durant le stockage.

La digestion anaérobie consiste en la décomposition maîtrisée des matières biodégradables, qui intervient principalement en anaérobiose et à des températures propices au développement de bactéries mésophiles ou thermophiles. Toutes les parties de chaque lot sont régulièrement et soigneusement remuées et retournées pour permettre une bonne hygiénisation et une bonne homogénéité de la matière. Pendant la digestion, toutes les parties de chaque lot présentent une variation de la température en fonction du temps qui correspond à l'une des situations suivantes :

- a) Digestion anaérobie thermophile à 55 °C durant au moins 24 heures, suivie d'un temps de rétention hydraulique d'au moins 20 jours ;
- b) Digestion anaérobie thermophile à 55 °C avec traitement incluant une pasteurisation, conformément à l'annexe V, chapitre I, section 1, point 1, du règlement (UE) n° 142/2011 ;

⁸ Directive 2008/98/CE « biodéchets » : les déchets biodégradables de jardin ou de parc, les déchets alimentaires ou de cuisine issus des ménages, des restaurants, des traiteurs ou des magasins de vente au détail, ainsi que les déchets comparables provenant des usines de transformation de denrées alimentaires.

- c) Digestion anaérobie thermophile à 55 °C, suivie d'un compostage à:
- 70 °C ou plus pendant au moins 3 jours,
 - 65 °C ou plus pendant au moins 5 jours,
 - 60 °C ou plus pendant au moins 7 jours, ou
 - 55 °C ou plus pendant au moins 14 jours;
- d) Digestion anaérobie mésophile à 37-40 °C avec traitement incluant une pasteurisation, conformément à l'annexe V, chapitre I, section 1, point 1, du règlement (UE) n° 142/2011; ou
- e) Digestion anaérobie mésophile à 37-40 °C, suivie d'un compostage à:
- 70 °C ou plus pendant au moins 3 jours,
 - 65 °C ou plus pendant au moins 5 jours,
 - 60 °C ou plus pendant au moins 7 jours, ou
 - 55 °C ou plus pendant au moins 14 jours.

3.3.1.4.4. Cahier des charges approuvé par voie réglementaire garantissant leur efficacité et leur innocuité

Il existe à ce jour trois cahiers des charges publiés qui ne concernent que certains types de digestats agricoles.

Arrêté du 13 juin 2017 approuvant un cahier des charges pour la mise sur le marché et l'utilisation de digestats de méthanisation agricoles en tant que matières fertilisantes

Arrêté du 8 août 2019 approuvant deux cahiers des charges pour la mise sur le marché et l'utilisation de digestats de méthanisation agricole en tant que matières fertilisantes

Ces textes ne concernent ainsi que des digestats agricoles obtenus dans certaines conditions :

- D'intrants : type et pourcentage
- De procédé
- D'usage
- De critère d'innocuité

Les tableaux suivants présentent les 3 cahiers des charges.

Tableau 24 Intrants autorisés pour chacun des cahiers des charges

CDC DigAgri 1 (arrêté du 13 juin 2017)	CDC DigAgri 2 (arrêté du 8 août 2019)	CDC DigAgri 3 (arrêté du 8 août 2019)
Effluents d'élevage* (≥ 33%) + matières végétales agricoles brutes = ≥ 60 %	Effluents d'élevage* (≥ 33%) + matières végétales agricoles brutes = ≥ 60 %	
Déchets exclusivement végétaux issus des IAA	Biodéchets** trié à la source, sans emballage, exclusivement végétaux, issus des IAA	
Certains SPA de catégorie 3***	Biodéchets** trié à la source, sans emballage, d'origine animale, qui sont des SPA de catégorie 3***	
		Matières issues des eaux résiduaires IAA (dont graisses de flottation)
		Sous-produits d'origine végétale issus des IAA
		Déchets végétaux (entretien jardins et espaces verts)
	Additif(s) de digestion (au max 5%), enregistré(s) dans REACH	
	Taux de MS du mélange de ces intrants ≥ 20%	
* : lisiers, ou fumiers ou fientes : tout excrément et/ou urine d'animaux d'élevage autre que les poissons, avec sous sans litières	* : lisiers, ou fumiers ou fientes : tout excrément et/ou urine d'animaux d'élevage autre que les poissons, avec sous sans litières ET qui respectent les conditions de l'article 3 de l'arrêté du 09/04/18	
	** : selon article R.541-8 du code de l'environnement	
*** : produits issus du lait ou de la fabrication de produits laitiers dont les eaux blanches et les boues de centrifugeuses ou de séparateurs de l'industrie du lait	*** : lait, produits issus du lait ou de la fabrication de produits laitiers dont les eaux blanches et les boues de centrifugeuses ou de séparateurs de l'industrie du lait	*** : produits issus du lait ou de la fabrication de produits laitiers dont les eaux blanches et les boues de centrifugeuses ou de séparateurs de l'industrie du lait + certaines denrées alimentaires animales ou d'origine animale issues des IAA

Tableau 25 : Procédés autorisés pour chacun des cahiers des charges

CDC DigAgri 1 (arrêté du 13 juin 2017)	CDC DigAgri 2 (arrêté du 8 août 2019)	CDC DigAgri 3 (arrêté du 8 août 2019)
Infiniment mélangé	Discontinu en voie sèche	Continu, infiniment mélangé (en voie liquide continue)
Mésophile (entre 34°C et 42°C), TS ≥ 50j ou Thermophile (entre 50°C et 65°C), TS ≥ 30j	Mésophile (entre 34°C et 50°C), TS ≥ 50j ou Thermophile (sup. à 50°C), TS ≥ 30j	
Agitation mécanique		Agitation mécanique
7 ≥ pH ≥ 8,5		
Contrôle et enregistrement de la température et du pH		
Exigences sur le stockage des intrants et du produit		
Séparation de phase possible (sans utilisation de polymère synthétique)		
Stockage de la phase liquide du digestat dans des fosses couvertes équipées d'un système d'agitation		

Tableau 26 : Seuils en éléments traces métalliques autorisés pour chacun des cahiers des charges

	CDC DigAgri 1 (arrêté du 13 juin 2017)	CDC DigAgri 2 - projet	CDC DigAgri 3 - projet
Teneurs maximales en mg/kg de MS			
As	18	18	18
Cd	3	1,5	1,5
Cr total	120	120	120
Cr VI*		2	2
Cu	600	600	600
Hg	2	2	2
Ni	60	60	60
Pb	180	180	180
Se	12	12	12
Zn	1 500	1 500**	1 000***

*Lorsque la teneur en chrome total est supérieure à 2, une analyse doit obligatoirement être réalisée pour s'assurer de la conformité de la teneur en chrome VI.

** Etiquetage selon les modalités du chapitre IV-III pour les produits ayant des valeurs comprises entre 800 et 1500 ppm.

*** Etiquetage selon les modalités du chapitre IV-III pour les produits ayant des valeurs comprises entre 800 et 1000 ppm.

Quantité maximales épanrables :

	sur 10 ans en g/ha	annuels moyens sur 10 ans g/ha/an	
As	900	90	90
Cd	150	2	2
Cr total	6 000	600	600
Cr VI			
Cu	10 000	1 000	1 000
Hg	100	10	10
Ni	3 000	300	300
Pb	9 000	900	900
Se	600	60	60
Zn	30 000	3 000	3 000

Quantité maximales épanrables par an en g/ha

As	270	270	270
Cd	45	6	6
Cr total	1 800	1 800	1 800
Cr VI			
Cu	3 000*	3 000*	3 000*
Hg	30	30	30
Ni	900	900	900
Pb	2 700	2 700	2 700
Se	180	180	180
Zn	6 000*	6 000**/**	6 000**/**

*En cas de besoin agronomique identifié, les apports annuels en Cu et en Zn pourraient excéder les quantités maximales annuelles, dans la limite du respect de la quantité maximale sur 10 ans

**Sauf en cas de besoin reconnu en accord avec la réglementation en vigueur sur les oligo-éléments

Tableau 27 Seuils en composés traces organiques, et en inertes et impuretés autorisées pour chacun des cahiers des charges

		CDC DigAgri 1 (arrêté du 13 juin 2017)	CDC DigAgri 2 - projet	CDC DigAgri 3 - projet
Composés traces organiques	Valeurs seuils maximales (mg/kg MS)			
	HAP ₁₆		6 mg/kg MS	6 mg/kg MS
	Somme de naphthalène, acénaphthylène, acénaphthène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo[a]anthracène, chrysène, benzo[b]fluoranthène, benzo[k]fluoranthène, benzo[a]pyrène, indéno[1,2,3-cd]pyrène, dibenzo[a,h]anthracène et benzo[ghi]perylène.			
Inertes et impuretés	Valeurs seuils maximales (g/kg MS)			
	plastiques + verre + métal > 2mm		5 g/kg MS	5 g/kg MS

Tableau 28 : Seuils en pathogènes autorisés pour chacun des cahiers des charges (valeurs identiques pour les 3 cahiers des charges)

	taille de la prise d'échantillon	n	m	M	c
Escherichia coli ou Enterococcaceae	1 g	5	1000	5000	1
Salmonella	25 g	5	0	0	0

Avec :

n = nombre d'échantillons à tester;

m = valeur-seuil pour le nombre de bactéries. Le résultat est considéré comme satisfaisant si le nombre de bactéries dans la totalité des échantillons n'excède pas m;

M = valeur maximale du nombre de bactéries. Le résultat est considéré comme non satisfaisant dès lors que le nombre de bactéries dans au moins un échantillon est supérieur ou égal à M;

c = le nombre d'échantillons dans lesquels le nombre de bactéries peut se situer entre m et M, l'échantillon étant toujours considéré comme acceptable si le nombre de bactéries dans les autres échantillons est inférieur ou égal à m.

3.3.1.4.5. Cas des matières fertilisantes issues de déchets

Selon l'article L255-12 du CRPM, une matière fertilisante ou un support de culture est issu, en tout ou partie, de déchets peut sortir du statut de déchet si elle peut être mise sur le marché via

- Une AMM,
- Sa conformité à un cahier des charges CDC,
- Sa conformité à une norme rendue d'application obligatoire,
- Sa conformité à un règlement de l'union européenne.

Article L255-12
Modifié par LOI n°2018-938 du 30 octobre 2018 - art. 95
Lorsqu'une matière fertilisante ou un support de culture est issu, en tout ou partie, de déchets qui ont été traités dans une installation mentionnée à l'article L. 214-1 du code de l'environnement soumise à autorisation ou à déclaration ou dans une installation mentionnée à l'article L. 511-1 du même code soumise à autorisation, à enregistrement ou à déclaration et qui ont subi une opération de valorisation, notamment de recyclage ou de préparation en vue de leur réutilisation, la délivrance à cette matière fertilisante ou à ce support de culture de l'autorisation de mise sur le marché prévue à l'article L. 255-2 du présent code, dès lors qu'elle comprend la vérification des autres conditions posées à l'article L. 541-4-3 du code de l'environnement, emporte la sortie de cette matière fertilisante ou de ce support de culture du statut de déchets.
Il en va de même d'une matière fertilisante ou d'un support de culture, à l'exception de ceux issus de la transformation de boues de station d'épuration seules ou en mélange avec d'autres matières, du fait de sa conformité à :
1° Une norme mentionnée au 1° de l'article L. 255-5 du présent code pour laquelle une évaluation de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail montre qu'elle garantit que l'ensemble des conditions prévues à l'article L. 541-4-3 du code de l'environnement sont remplies ;
2° Un règlement de l'Union européenne mentionné au 2° de l'article L. 255-5 du présent code dès lors qu'il garantit que l'ensemble des conditions prévues à l'article L. 541-4-3 du code de l'environnement sont remplies ;
3° Un cahier des charges pris en application du 3° de l'article L. 255-5 du présent code dès lors qu'il garantit que l'ensemble des conditions prévues à l'article L. 541-4-3 du code de l'environnement sont remplies.
Un arrêté des ministres chargés de l'agriculture et de l'environnement, pris après avis conforme de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail, établit la liste des normes mentionnées au 1° du présent article pour laquelle la sortie du statut de déchets est effective.

Cependant, dans le cas de la conformité à une norme, l'article L255-12 précise qu'un arrêté interministériel doit préciser la liste des normes permettant cette sortie de statut de déchet. Au moment de la rédaction du présent rapport, cet arrêté n'a pas encore été publié.

D'autre part, pour les points 2 à 4, la SSD n'est pas possible si la MFSC est issue de la transformation de boues de station d'épuration seules ou en mélanges avec d'autres matières.

3.3.1.5. Possibilités réglementaires de valorisation agricole des sous-produits issus du procédé OMIX

Concentrat de nanofiltration

Quel est l'impact réglementaire de l'incorporation de ce concentrat dans le processus de compostage actuel ?

Le compost est actuellement mis sur le marché selon la norme NF U44-051.



Toutes les matières premières autorisées dans cette norme subissant un compostage caractérisé peuvent avoir préalablement suivi un « pré-traitement anaérobie⁹ ». Ainsi, même si le procédé de nanofiltration n'est pas explicitement cité, le concentrat est cependant bien issu du digesteur, on peut donc convenir qu'il a bien suivi un « pré-traitement anaérobie ».

Cette incorporation ne doit donc pas entraver la mise sur le marché du compost obtenu via la norme NF U44-051.

Dans l'optique que ce concentrat serve de base pour la production d'un amendement organo-calcique, en le mélangeant avec la phase solide issu de la presse à vis et de la chaux, comment est-il possible de le mettre sur le marché comme un amendement organo-basique ?

A ce jour, il n'existe pas de norme « NFU » pour des amendements organo-basiques. La seule norme dans laquelle une matière organique est additionnée de chaux pour être mise sur le marché est la norme NF U44-003 mais elle concerne uniquement des boues issues du traitement des eaux usées urbaines qui sont déshydratées puis mélangées avec du lait de chaux.

La mise sur le marché d'un tel produit ne pourrait donc être possible uniquement via l'obtention d'une AMM ou éventuellement via le nouveau règlement européen 2019/1009 cf. partie 3.3). Ce type de fertilisant n'existe pas non plus dans ce règlement, mais on peut envisager d'autres type de produits (PFC2. Amendement minéral basique, PFC 3.1. Amendement organique du sol, PFC 7. Combinaison de fertilisants) Ainsi, sous réserve des spécifications (des CMC et de la PFC choisie) :

- La chaux et le concentrat pourraient être considérés comme des CMC 1 (sous réserve de leur enregistrement respectif dans la réglementation REACH),
- La phase solide du digestat issue de la presse à vis peut-être conforme à la CMC 5.

Dans l'optique que ce concentrat serve de base à la production d'un combustible (charbon végétal), quelle est la réglementation qui s'appliquerait ?

Dans la réglementation française actuelle, les charbons végétaux (ou appelés « biochars ») ne peuvent être mis sur le marché qu'après l'obtention d'une AMM.

Un projet d'amendement au règlement UE 2019/1009 a été discuté en novembre pour inclure une nouvelle CMC : Pyrolysis or gasification materials. Cette CMC ne pourrait être obtenue qu'à partir d'une liste finie d'intrants et dans des conditions de pyrolyse précise (cf. annexe). Les intrants autorisés auront pu être précédemment méthanisés

Concentrat de l'osmose inverse

Des solutions de sulfate d'ammonium peuvent être mises sur le marché selon la norme NF U42-001/A1. Ces solutions sont alors obtenues soit par :

- Par lavage de gaz avec l'aide sulfurique précédée d'un stripping de l'ammoniac à partir d'effluent contenant de l'azote ammoniac
- Ou par lavage de gaz vicié chargé en ammoniacal avec de l'acide sulfurique.

La solution de sulfate d'ammonium obtenue dans le cadre du projet OMIX, par chemisorption, peut-il est mis sur le marché via cette norme ?

Dans le dossier technique qui a été soumis à l'ANSES et qui a permis à la validation de cette norme, le procédé décrit est le suivant :

⁹ Extrait de la norme NFU44-051 – Définition des termes « pré-traitement anaérobie (méthanisation) » : procédé biologique anaérobie permettant la stabilisation par dégradation/réorganisation de la matière organique conduisant à l'obtention d'un biogaz (mélange majoritairement composé de méthane et de dioxyde de carbone) et de matière organique digérée appelée digestat. Ce pré-traitement est obligatoirement suivi d'un compostage caractérisé avec ajout de matières végétales, en vue de l'obtention d'un amendement organique.

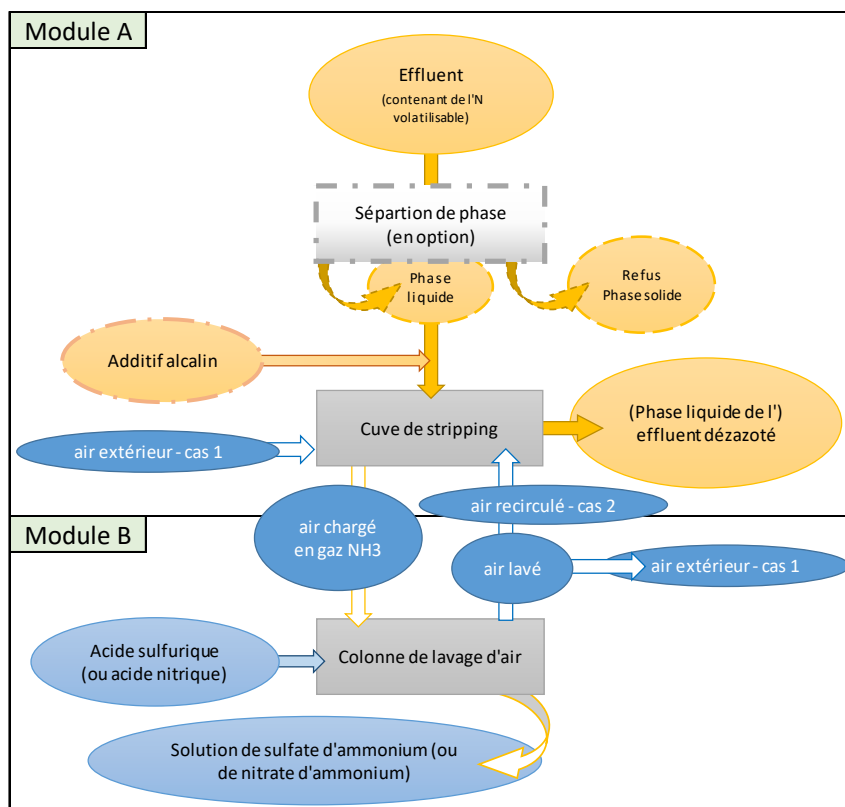


Figure 32 : description du procédé

Afin de valider que le process développé par l'INSA dans le cadre du projet OMIX peut être considéré comme conforme à ce qui est décrit dans l'amendement A1, il s'agira

- De contacter la DGCCRF afin de valider avec eux cette possibilité
- De demander une modification de la norme afin que la chemisorption puisse être un procédé reconnu pour l'obtention de ce type de solution.

Selon la concentration de la solution et la validation du mode d'obtention, il serait aussi possible de mettre sur le marché conformément à la norme NF U42-001-1 ou au règlement CE 2003/2003 sous les dénominations suivantes.

Pour le règlement RCE 2003/2003 :

- « Sulfate d'ammoniaque » : il s'agit d'un produit obtenu par voie chimique contenant, comme composant essentiel, du sulfate d'ammonium, avec éventuellement une teneur maximale en nitrate de calcium (de chaux) de 15%. La teneur en N doit être au minimum de 19,7%
- « Solution d'engrais azotée » : il s'agit d'un produit obtenu par voie chimique et par la mise en solution dans l'eau sous forme stable à la pression atmosphérique, sans addition d'éléments fertilisants organique d'origine animale ou végétale. La teneur en N doit être au minimum de 15%

Pour la norme NF U42-001-1 :

- « Engrais azoté à basse teneur liquide » : il s'agit d'un produit contenant exclusivement des types d'engrais minéraux figurant dans la norme NFU42-001-1 ou dans le règlement 2003/2003 et apportant de l'azote sous une forme ou plusieurs formes : nitrique, ammoniacale, uréique et/ou cyanamidée, et éventuellement des éléments secondaires. La teneur en N doit se situer entre 3% et 15%.

3.4. Lot 4 : Application de l'eau produite en agriculture locale

Le lot 4 consiste à la reminéralisation du perméat d'osmose inverse final du dispositif de fractionnement VALORDIG et son utilisation sur une parcelle d'expérimentale agricole. Bien que de gros efforts de recherche et développement soient réalisés en interne au sein de l'entreprise NEREUS, la qualité de l'eau extraite du digestat de méthanisation de CLER VERTS ne permet pas encore d'envisager dans un futur proche son utilisation comme eau d'irrigation.

Ainsi, le lot 4 du projet OMIX n'a pas été réalisé.

3.5. Lot 5 : modélisation et supervision de l'installation

3.5.1. Modèle AQUASIM : comparaison avec les résultats expérimentaux

Le rendement d'extraction de l'azote ammoniacal (REA, %) des essais de l'effluent synthétique ont été comparés avec le modèle développé sur AQUASIM. La Figure 28 montre les résultats de l'effluent synthétique (point rouges) et le modèle AQUASIM avec plusieurs compartiments (N). Nous pouvons constater que le modèle avec 5 et 10 compartiments permet de reproduire les résultats expérimentaux. Le coefficient de transfert global (K_L) utilisé pour les modèles AQUASIM est celui calculé à partir des données expérimentales.

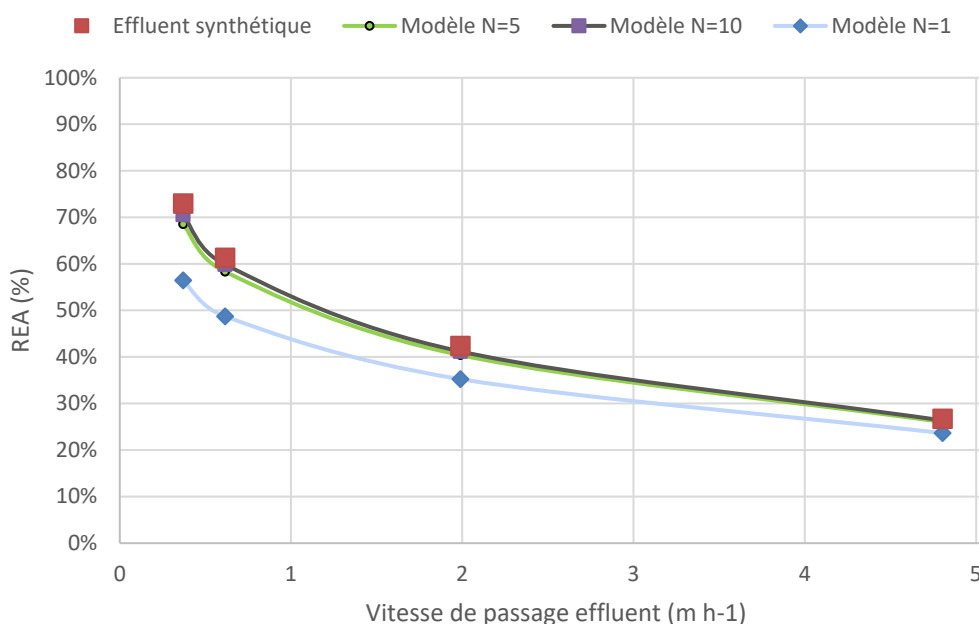


Figure 33 : Comparaison des modèles développés sur AQUASIM pour N=1, N=5 et N=10 compartiments avec les résultats expérimentaux (points rouges).

A l'avenir, notre objectif est de prédire les résultats expérimentaux avec un modèle de transfert qui intègre correctement l'influence du débit liquide. La Figure compare le rendement d'extraction expérimental (avec l'effluent synthétique), un modèle basé sur un coefficient de transfert global unique (moyenne des résultats expérimentaux) et un modèle intégrant une fonction de la vitesse de passage calibré avec les données expérimentales (3) :

$$K_L = 0,0131 \cdot u^{0,511} \quad (3)$$

Où « u » est la vitesse de passage de l'effluent exprimé en m h⁻¹ et K_L est le coefficient de transfert global exprimé en m j⁻¹.

Le modèle intégrant cette corrélation (avec la vitesse de passage) permet de reproduire avec une meilleure précision les résultats expérimentaux.

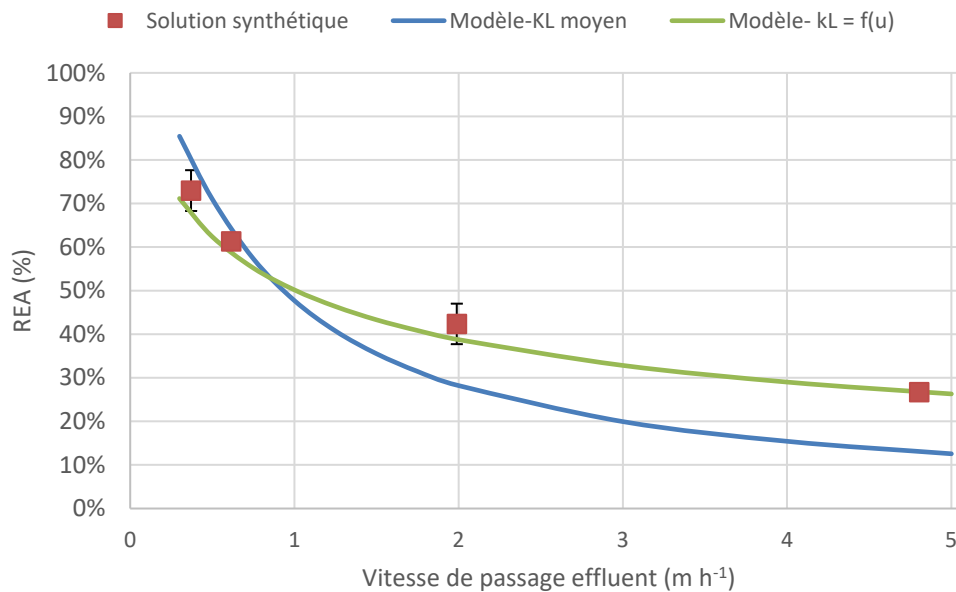


Figure 34 : Comparaison des modèles développés sur AQUASIM pour N=5 compartiments : modèle avec le calcul du KL moyen des résultats expérimentaux et modèle avec le coefficient de transfert issu d'une corrélation avec la vitesse de passage.

3.5.2. Contrôle / commande MATLAB et SIMULINK

Pour optimiser l'extraction de l'azote ammoniacal, la maximisation de la forme NH_3 joue un rôle clé. L'outil de modélisation et de contrôle-commande développé sous Matlab-Simulink permet de simuler les conditions de température et pH nécessaires pour atteindre cet objectif. Le système de simulation permet de réguler l'apport d'acide pour maintenir le pH de la solution et d'obtenir différents régimes de fonctionnement continu dans différentes conditions de débit, de pH et température.

La Figure montre la détermination des points température-pH permettant d'atteindre un rendement d'extraction de l'ammoniac fixé (75 % dans ce cas) pour différents débits. Nous pouvons constater que le système est beaucoup plus sensible aux variations du pH que de la température.

En plus, lorsque le débit est proche du débit maximal permettant d'atteindre un rendement d'extraction fixé, les besoins d'augmentation de pH et température sont considérables. En effet, la Figure confirme qu'il existe un rendement maximal d'extraction de l'ammoniac en fonction du débit et qu'il est important de considérer cet extremum (il correspond au rendement maximum lorsque tout l'azote est sous forme NH_3). Dans ce cas, agir sur les paramètres pH et température peut se révéler insuffisant pour atteindre le rendement maximal souhaité. Une augmentation de la surface membranaire sera nécessaire pour augmenter le rendement d'extraction avec un débit fixé si l'adaptation des conditions de pH et température n'est pas suffisante.

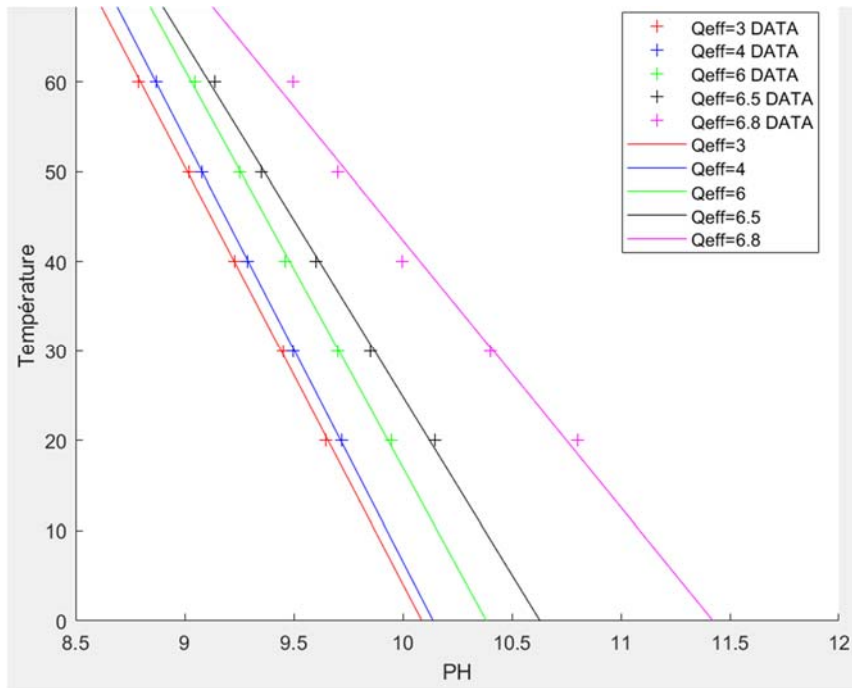


Figure 35 : Détermination des couples T/pH permettant d'atteindre un rendement d'extraction de l'azote ammoniacal dans le TMCS de 75 %, pour différents débits.

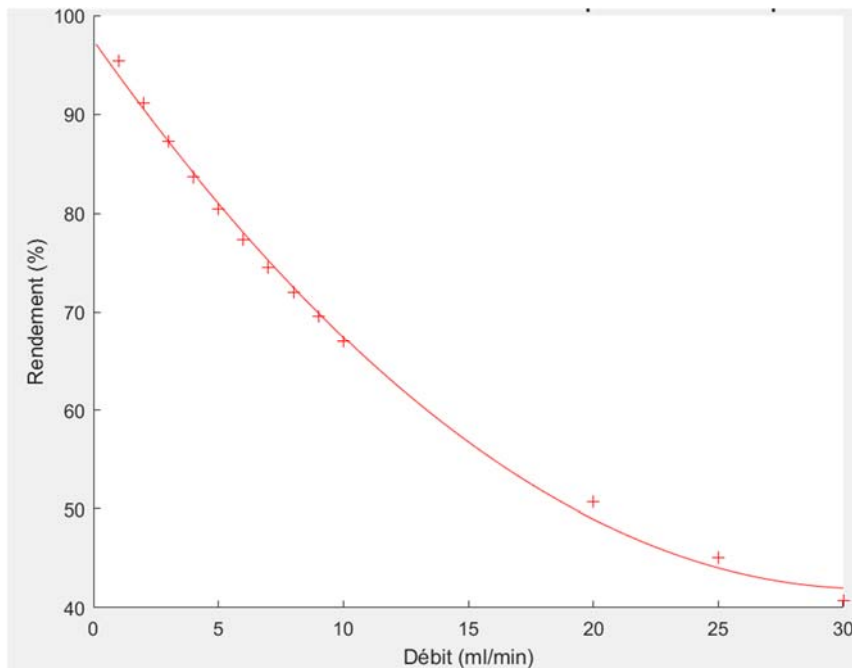


Figure 36 : Evolution du rendement maximal d'extraction de l'azote ammoniacal en fonction du débit. Les conditions de pH et température ont été fixés à 11,5 et 80 °C respectivement, où la forme NH₃ est maximisé.

La Figure montre les points de température/pH pour plusieurs rendements d'extraction de l'azote pour un débit fixé à 5,7 ml min⁻¹. Dans ces conditions (qui correspondent à un temps de séjour de 14,7 min, équivalent aux expériences dans le pilote échelle laboratoire), le résultat montre qu'un rendement de 75 % peut être atteint pour des conditions de pH et température acceptables. Par contre si l'on demande un rendement de 78 %, proche du rendement maximal, cela devient très coûteux avec un pH et une température nécessaire tout deux très élevés. Cette figure confirme que le coût de prétraitement de l'effluent sera plus élevé lorsque le rendement cible est proche du rendement maximal pour un débit fixé.

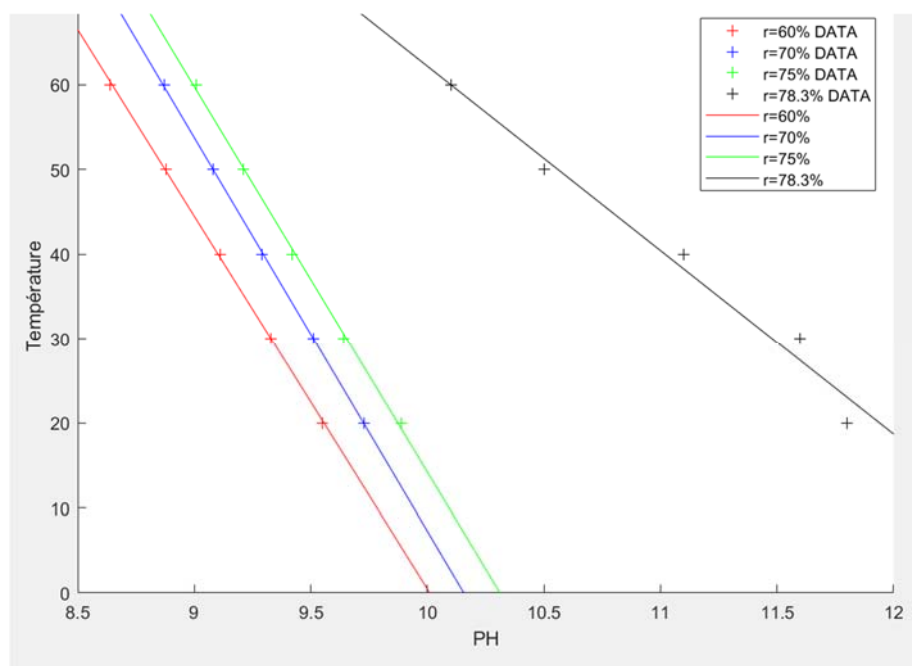


Figure 37 : Détermination des couples T/pH permettant d'atteindre pour différents rendements avec un débit d'effluent fixe.

4. Discussion

4.1. Bilan de matière et performances hydrauliques

Les performances hydrauliques de nanofiltration dynamique sont représentées sur la Figure . Nous remarquons sur ce graphique une alimentation en digestat liquide stable, à environ 1,4 m³/h bien qu'en condition standard la valeur soit plus proche des 2 m³/h. Le débit de perméat, relativement constant, se situe aux alentours de 0,5 m³/h. Nous observons en revanche de fortes variations sur le débit de rétentat. L'expulsion d'un volume de rétentat régulier génère un décollement du film de polarisation sur les disques céramiques de filtration. Cette méthode permet de prolonger le temps de fonctionnement entre deux cycles de nettoyage. En effet, l'utilisation d'une pression fixe, et donc d'un débit fixe d'alimentation, dans le module de filtration implique une montée progressive du colmatage sur les membranes. A compter de 20h environs, nous observons un arrêt machine répété. Cela peut être dû à une avarie de la filtration par le module d'osmose inverse qui ne traite pas l'ensemble du perméat de nanofiltration produit en cuve tampon.

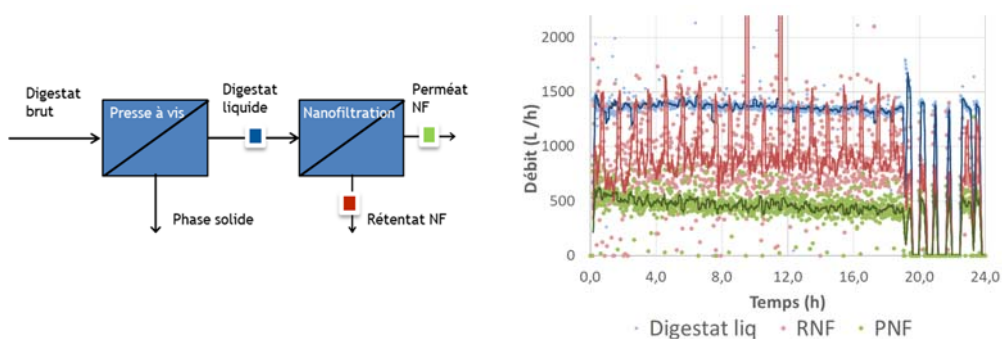


Figure 38 : performances hydrauliques de la nanofiltration

La filtration par osmose inverse sur deux étages, avec une recirculation de rétentat d'osmose 1, montre des débits de fonctionnement stables. Nous constatons néanmoins une augmentation du débit de rétentat OI 1 après environs 12h de filtration. Ceci est corrélé avec la chute de débit du perméat OI 1 et

2. Cela démontre clairement l'impact de l'importante charge minérale et organique sur le colmatage des membranes d'osmose inverse.

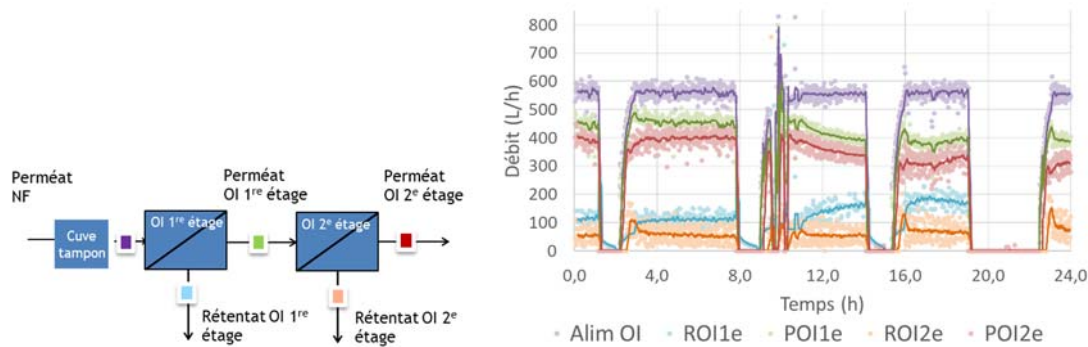


Figure 39 : performances hydrauliques de l'osmose inverse

Le bilan de matière

Paramètres	Unités	Digestat liquide	Perméat NF	Rétentat NF	Perméat OI1	Rétentat OI1	Perméat OI2	Rétentat OI2
Débit	L/h	1400	500	900	450	100	400	50
DCO	kg/L O ₂	114,8	3,7	76,14	1,449	1,256	0,612	0,335
MS	kg/h	89,04	nd	68,76	nd	nd	nd	nd
Azote total	kg/h N	0,182	0,005	0,414	< 0,000225	0,0017	< 0,001	0,00035
Nitrates	kg/h NO ₃ ⁻	0,182	0,006	0,576	0,00135	0,0016	< 0,0006	0,0003
Nitrites	kg/h NO ₂ ⁻	0,028	< 0,001	0,045	0,00045	< 0,0001	< 0,0002	< 0,00005
Ammonium	kg/h NH ₄ ⁺	6,3	2,1	7,47	0,1935	0,072	0,162	0,0365
Ortho phosphates	kg/h PO ₄ ³⁻	87,08	< 0,2	9	< 0,18	0,338	< 0,16	< 0,02
Chlorure	kg/h Cl ⁻	9,1	1,82	17,91	0,81	> 0,2	> 0,4	nd
Sulfate	kg/h SO ₄ ²⁻	18,34	< 0,2	< 0,18	< 0,09	< 0,02	< 0,04	< 0,01
Potassium	kg/h K ⁺	> 7	> 0,5	> 4,5	> 0,9	> 0,2	> 0,4	> 0,1
Manganèse	kg/h Mn	0,588	< 0,002	> 0,18	< 0,0018	0,0005	< 0,0002	0,0001
Cadmium	kg/h Cd	> 0,28	0,0081	> 0,18	0,003375	0,00015	< 0,0006	0,0003
Fer	kg/h Fe	0,196	< 0,001	nd	< 0,0009	0,00015	< 0,0004	< 0,00005

Figure 40 : Bilan de matière des différentes fractions de la filière

Paramètres	Abattement NF (%)	Abattement NF + OI (%)
DCO	96,8%	99,5%
MS	77,2%	nd
Azote total	97,3%	99,5%
Nitrates	96,7%	99,7%
Nitrites	96,4%	99,3%
Ammonium	66,7%	97,4%
Ortho phosphates	99,8%	99,8%
Chlorure	80,0%	95,6%
Sulfate	98,9%	99,8%
Potassium	92,9%	94,3%
Manganèse	99,7%	100,0%
Cadmium	97,1%	99,8%
Fer	99,5%	99,8%

Figure 41 : Taux d'abattement sur la filière par rapport à la composition du digestat liquide.

Bien que plus de 99% des éléments ont pu être séparés du digestat liquide, nous constatons que le perméat final n'atteint pas les normes de rejet souhaitées.

4.2. Facteurs limitants

L'identification des facteurs limitants permet de travailler sur l'amélioration de la filière, sur son rendement et sur sa viabilité économique. Bien que plus de 99% des éléments ont été retirés du digestat, il demeure que l'eau produite atteint un seuil d'environ 10 fois au-dessus des normes de rejet en milieu naturel sur certains paramètres. Il s'agit du premier critère d'amélioration à considérer.

4.2.1. La nanofiltration

La filtration par nanofiltration dynamique démontre une stabilité de fonctionnement. Les variations de composition des intrants entraînent une modification de la composition du digestat. Il est donc intéressant de noter la stabilité hydraulique du procédé malgré ces aléas.

Néanmoins, nous avons noté une forte abrasion de l'appareillage par le digestat liquide. Ce phénomène est lié au comportement abrasif du digestat notamment par la présence de particules telles que la silice (sable). Un suivi de maintenance actif a dû être réalisé pour garantir le fonctionnement de l'installation. Parmi les pièces sensibles à cette abrasion nous pouvons lister les lobes des pompes, les vannes de régulation (zones d'étranglement), les tuyau coudés...etc. Une étude interne des actions correctives à apporter est en cours.

Nous observons un fort dépôt minéral à partir de la formation du perméat de nanofiltration. Celui-ci favorise la précipitation de sels tels que des carbonates MCO_3 (M= cation bivalent) et notamment lors de la concentration des espèces ioniques par osmose inverse.

4.2.2. La filtration par osmose inverse

L'osmose inverse est clairement l'étape limitante du procédé. La concentration minérale dans le perméat de nanofiltration est très au-dessus des recommandations du fabricant des membranes. La vitesse d'entartement nécessite des cycles de lavage très fréquents, réduit les performances attendues des membranes et augmente la pression de fonctionnement du procédé. Le bilan qualitatif et quantitatif ne correspond pas aux attentes. La charge de maintenance et le rythme des lavages lié au traitement par osmose inverse du perméat de nanofiltration est important. Cette étape, dans ces conditions, écarte la filière de la viabilité économique.

4.2.3. Le TMCS

Les études sur l'encrassement des membranes sont très limitées dans la littérature, des recherches supplémentaires sont nécessaires pour évaluer les performances à long terme des contacteurs à membrane et les techniques de nettoyage les plus appropriées.

Des efforts pour optimiser le prétraitement de l'effluent et les conditions pH et température sont aussi nécessaires pour réduire le besoin en réactifs et le coût du prétraitement.

4.3. Solutions expérimentées

De multiples essais ont été réalisés pour améliorer la filière « nanofiltration + osmose ».

4.3.1. Précipitation du perméat de nanofiltration

Pour soulager l'étape de filtration par osmose inverse de la charge minérale à traiter, NEREUS a tenté des essais de précipitation contrôlée. L'objet de cet essai est d'orienter la précipitation minérale en amont de l'étape d'osmose inverse.

Deux moyens ont été utilisés :

- Bullage à l'air : L'aération permet de favoriser la précipitation des carbonates. Cependant, le forte DCO favorise un important moussage lors de l'aération du perméat de nanofiltration. Le volume de mousse est tel que le bullage n'est pas une solution viable.
- Ajout d'un réactif : L'ajout de chaux ou de lait de chaux permet de favoriser la précipitation des carbonates. Il se forme des germes de cristallisation dont la croissance est inhibée par la présence d'une forte DCO. Ces germes sont impossibles à collecter par décantation et se retrouvent dans l'étape de filtration par osmose inverse. A cela s'ajoute l'augmentation de la concentration en cation bivalent (Ca^{2+}) favorisant à son tour la précipitation dans les membranes d'osmose inverse. L'idéal serait de réaliser cette précipitation simultanément à une coagulation pour favoriser la croissance cristalline des germes formés.

4.3.2. Acidification du perméat de nanofiltration

Le perméat de nanofiltration a été acidifié à un pH de 7,2 par l'ajout d'acide sulfurique. Un moussage permanent est observé en dessous d'un pH de 7. A pH 7,2 le moussage a lieu localement au point d'injection et se dissipe rapidement. Cette tentative avait pour double intérêt de minimiser le risque de précipitation dans les membranes d'osmose inverse mais aussi d'améliorer la rétention de l'ammoniaque. En effet, la protonation de l'ensemble de l'ammoniaque libre NH_3 en ammonium NH_4^+ , plus gros et associé à un contre ion volumineux devait permettre d'améliorer sa rétention sur membrane d'osmose inverse. Cela n'a pourtant montré aucune évolution marquante, ni en termes de précipitation, ni en termes de rétention d'ammonium.

4.3.3. Augmentation de la température de nanofiltration

L'augmentation de la température apporte de nombreux bénéfices. Cela fluidifie le digestat liquide, réduit le couple des moteurs de rotation des disques, améliore la perméation des membranes de nanofiltration et favorise la solubilisation des espèces minérales (réduction de la précipitation). Cependant, le site de CLER VERTS ne permet pas d'accéder à une eau chauffée pour alimenter les échangeurs de chaleur de la machine.

4.4. Viabilité économique

Plusieurs critères permettent de présenter les limites de la viabilité économique de cette filière, en l'état.

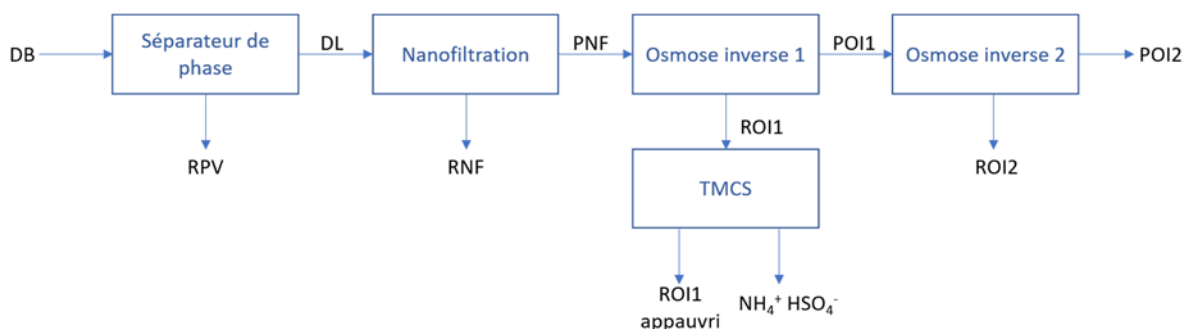
- La viabilité économie est relative à la qualité de l'eau extraite. N'atteignant pas la qualité d'eau souhaitée, il semble inévitable que la viabilité économique ne soit pas au rendez-vous.
- Les membranes d'osmose ne peuvent résister à l'importance de la charge minérale à traiter. Le dispositif installé demande trop de maintenance pour fonctionner sans pourtant apporter le résultat attendu.
- Les solutions proposées pour améliorer ce procédé en l'état ne font que rajouter un coût opérationnel (ajout de réactifs, de consommation électrique etc...).

La filière valordig dans son ensemble n'est donc pas une filière viable.

Cependant, les briques technologiques que représentent la nanofiltration dynamique et la chimisorption transmembranaire ont démontré leur intérêt dans une filière de valorisation du digestat qui doit prendre en compte les limites identifiées lors du projet OMIX.

4.5. Filière alternative

La présente filière n'apporte pas les résultats escomptés malgré le fort abattement global obtenu. Le perméat d'osmose inverse 2 est encore trop riche. On peut néanmoins s'appuyer sur les éléments robustes du procédé pour établir une filière alternative. La nanofiltration est un excellent exemple. Il est également impératif de pouvoir éliminer la matière en suspension et hygiéniser l'effluent par extraction des espèces microbiologiques ($>> 5\text{nm}$). Sans cette étape de nanofiltration dynamique, la charge à traiter serait beaucoup trop importante et la prise en compte du risque sanitaire serait absente.

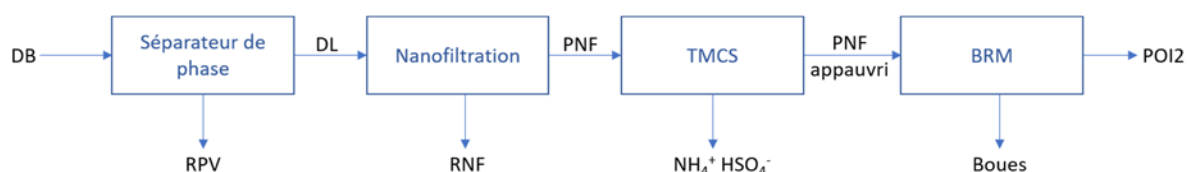


DB : digestat brut / RPV : refus de presse à vis / DL : digestat liquide / PNF : perméat de nanofiltration / ROI1 : rétentat d'osmose inverse étage 1 / POI1 : perméat d'osmose inverse étage 1 / ROI2 : rétentat d'osmose inverse étage 2 / POI2 : perméat d'osmose inverse étage 2 / TMCS : chimisorption transmembranaire.

Figure 42 : Filière utilisée pour l'extraction d'eau

La filière de transformation totale de digestat proposée reprend les deux premières étapes de la filière étudiée à savoir une séparation de phase par l'action d'une presse à vis et une filtration par nanofiltration dynamique avec un seuil de coupure de 5 nm. L'expérience tirée de cette étude montre l'importance de ces deux étapes.

Le perméat de nanofiltration n'est en revanche plus traité par osmose inverse. Un procédé de chimisorption transmembranaire permettrait d'extraire l'azote. Le PNF appauvri en azote serait ensuite traité par un bioréacteur à membrane par un système biologique, adapté et robuste. Dans ce bioréacteur, l'azote résiduel, la DCO et les carbonates sont consommés par des bactéries. Il est probable qu'une dernière étape d'osmose inverse soit nécessaire. Celle-ci aurait lieu dans des conditions opérationnelles bien différentes que celles décrites dans ce manuscrit. Elles auraient alors toutes les chances de permettre d'accéder aux normes de rejet souhaitées.



DB : digestat brut / RPV : refus de presse à vis / DL : digestat liquide / PNF : perméat de nanofiltration / RO1 : rétentat d'osmose inverse étage 1 / POI1 : perméat d'osmose inverse étage 1 / RO2 : rétentat d'osmose inverse étage 2 / POI2 : perméat d'osmose inverse étage 2 / TMCS : chimisorption transmembranaire / BRM : bioréacteur à membrane.

Figure 43 : Filière alternative moins consommatrice et plus robuste

5. Conclusion

Le projet OMIX a permis la mise en œuvre d'une filière de fractionnement des digestats en rupture avec les technologies présentes sur le marché qui ne répondent toujours pas aux attentes de celui-ci. Il a permis de comprendre les mécanismes physico-chimiques se produisant à chaque étape de la filière proposée.

La filière établie pour le projet OMIX a montré des capacités très prometteuses malgré les limites atteintes. Ainsi la capacité de fractionner un digestat liquide par nanofiltration dynamique en continu pendant plusieurs mois a été démontrée. La capacité de la technologie TMCS à extraire l'ammoniac du perméat issu de l'étape de nanofiltration dynamique a également été démontrée. Ce sont deux briques essentielles mais non suffisantes pour l'obtention d'une filière pérenne de valorisation du digestat.

Le choix technologique des osmoses inverses s'est montré être un verrou qui n'a pu être levé. Ce verrou est dû à une mauvaise connaissance de la composition du digestat concernant la concentration en bicarbonate au lancement du projet.

Des travaux de recherche et développement sont donc encore nécessaires pour atteindre une filière pérenne et viable. Ces travaux devront porter sur l'exploitation ou la stabilisation du perméat de nanofiltration dont la charge en carbonate est très élevée. La filière alternative proposée ne pourra être validée que si ce verrou est levé.

Le projet OMIX a également permis une meilleure compréhension de la réglementation et de la mise sur le marché de fertilisant et de se projeter sur les nouveaux règlements qui vont rentrer en application en 2022.

Enfin, le projet OMIX a permis une première collaboration entre TBI et NEREUS et des discussions sont en cours pour prolonger les développements aussi bien autour du digestat que de la technologie TMCS.

L'ensemble du consortium remercie l'ADEME et plus particulièrement Christophe Hevin et Fabienne Muller pour leur accompagnement et support pendant toute la durée du projet.

INDEX DES TABLEAUX ET FIGURES

TABLEAUX

Tableau 1 : Filières de fractionnement des digestats issues de la littérature scientifique.....	12
Tableau 2 Caractéristiques techniques des membranes de nanofiltration.....	22
Tableau 3 Caractéristiques techniques des membranes d'osmose inverse.....	23
Tableau 4 Paramètres analysés par TBI sur les campagnes de prélèvements.....	23
Tableau 5 Données expérimentales sur les différentes fractions d'intérêt sur CLER VERTS : prélèvements le 27 novembre 2019.....	30
Tableau 6 Données expérimentales sur les différentes fractions d'intérêt sur CLER VERTS : prélèvements en mars et avril 2020 / COFRAQ.....	30
Tableau 7 Indices de criticité des risques liés aux usages domestiques des eaux grises traitées déterminés à dire d'experts.....	32
Tableau 8 Niveaux de risques liés à l'usage d'eaux grises traitées.....	33
Tableau 9 Niveaux de qualité sanitaire des eaux usées traitées en fonction du type d'usage.....	35
Tableau 10 Contraintes de distance dans le cadre de l'utilisation des eaux usées traitées.....	36
Tableau 11 Seuils déterminés pour différents paramètres pour rentrer dans les quatre niveaux de qualité sanitaire des eaux usées traitées.....	37
Tableau 12 Adéquation entre le niveau de qualité de l'eau de récupération, la catégorie de culture et la méthode d'irrigation.....	37
Tableau 13 Exigences de qualité applicables à l'eau de récupération destinée à l'irrigation.....	38
Tableau 14 Exigences minimales de surveillance bactériologique.....	38
Tableau 15 Exemples de mesures préventives pour une classification de la qualité de l'eau de récupération.....	40
Tableau 16 Récapitulatif des actions à mener et des responsables de chacune d'elles.....	43
Tableau 17 : Éléments Traces Métalliques – Valeurs seuils dans les matières fertilisantes et flux maximaux annuels – Valeurs actuelles et prévisionnelles.....	61
Tableau 18 : Composés Traces Organiques - Flux maximaux annuels moyens sur 10 ans (g/ha) en vigueur et prévisionnelles, et teneurs maximales prévisionnelles.....	61
Tableau 19 : Éléments d'appréciation de l'efficacité potentielle.....	62
Tableau 20 : État des lieux des fertilisants issus de site de méthanisation ayant obtenus une AMM.....	63
Tableau 21 : Valeur limites en éléments traces métalliques (ETM) de certaines matières fertilisantes (mg/kg MS) dans des textes réglementaires en vigueur.....	67
Tableau 22 : Valeur limites en HAP de certaines matières fertilisantes (mg/kg MS) dans des textes réglementaires en vigueur.....	67
Tableau 23 : Valeur limites en inertes et indésirables.....	67
Tableau 24 Intrants autorisés pour chacun des cahiers des charges.....	70
Tableau 25 : Procédés autorisés pour chacun des cahiers des charges.....	71
Tableau 26 : Seuils en éléments traces métalliques autorisés pour chacun des cahiers des charges.....	71
Tableau 27 Seuils en composés traces organiques, et en inertes et impuretés autorisées pour chacun des cahiers des charges.....	72
Tableau 28 : Seuils en pathogènes autorisés pour chacun des cahiers des charges (valeurs identiques pour les 3 cahiers des charges).....	73

FIGURES

Figure 1 : schéma de fonctionnement d'un filtre à calcaire (ANSES, 2016).....	11
Figure 2 : Schéma de la filière de fractionnement des digestats.....	12
Figure 3 : Pourcentage des différents types de MAFOR épandues en grandes cultures et en prairies (Source : Agreste Enquête "Pratiques culturales" 2011).....	13
Figure 4 : Processus de mise sur le marché des digestats.....	14
Figure 5 : Procédé VALORDIG schématisé.....	14
Figure 6 : Dispositif expérimental TMCS.....	16
Figure 7 : Schéma pilote TMCS taille semi-industrielle. La ligne rouge pointillé indique que l'alimentation du pilote peut être fait avec le perméat de la nanofiltration (NF) ou le rétentat de l'osmose inverse (OI).....	17
Figure 8 : Illustration 3D pilote TMCS taille semi-industrielle.....	17
Figure 9 : Livraison du pilote DESIGN. S. Dubos, E. Mengelle et I. Gonzalez Salgado (conception, réalisation et opération du pilote).....	18
Figure 10. Schéma de l'installation pilote pour la réalisation des expériences avec l'effluent synthétique.....	19

Figure 11 : Schéma du modèle TMSC	20
Figure 12 : Illustrations du pilote a) FERTIGAZ et b) MOBILIS.....	22
Figure 13 : Schéma de la filière MOBILIS avec les points de prélèvements (NF : nanofiltration, OI : osmose inverse).....	23
Figure 14 : Résultats des matières sèches et de la composition ionique moyennes de la phase liquide du digestat au cours de 2017.....	24
Figure 15 : Observations des produits obtenus sur la filière	25
Figure 16 : VALORDIG en cours de finitions dans les ateliers de NEREUS a) vu depuis l'intrant et b) vu du côté du perméat final	26
Figure 17 : Schéma d'implantation sur site à Bélesta-en-Lauragais	27
Figure 18 : Installation du dispositif de fractionnement du digestat VALORDIG sur site client	27
Figure 19 : Schéma de la filière VALORDIG en 3 étapes : Presse à vis, nanofiltration et osmose inverse...	28
Figure 20 : Observations visuelles des fractions obtenues par la filière VALORDIG	29
Figure 21 : Rendement d'Extraction de l'Ammoniac (REA) et Vitesse de Transfert de l'Ammoniac de l'effluent vers la solution acide (VTA exprimée en $m^3NH_3/m^2membrane.s^{-1}$) obtenus pour différents temps de séjour hydraulique (TSH), à 23 ± 2 °C, avec solution de H_2SO_4 (0,36 M, pH 0,8-1) et de NH_4Cl (4,5 gN L^{-1} , pH 11).....	49
Figure 22 : Rendement d'Extraction de l'Ammoniac (REA) en fonction de la charge hydraulique appliqué dans l'installation pilote et laboratoire	50
Figure 23 : Rendement d'Extraction de l'ammoniac (REA) obtenus pour différents temps de séjour hydraulique (TSH), à 23 ± 2 °C, avec solution de H_2SO_4 (0,36 M, pH 0,8-1) et de rétentat d'osmose inverse (OI), pH 11.	51
Figure 24 : Coefficient de transfert ($m s^{-1}$) obtenus pour différents temps de séjour, à 23 ± 2 °C, avec solution de H_2SO_4 (0,36 M, pH 0,8-1) et de concentrât d'osmose inverse (pH 11).	51
Figure 25 : Rendement d'extraction de l'azote ammoniacal (%) en fonction de la température pour un pH $9,35 \pm 0,01$ et un pH 11,1 avec une solution de H_2SO_4 (0,36 M, pH 0,8-1) et un TSH de 15 minutes.....	52
Figure 26 : Etape de préaération : évolution du pH et du rapport entre la concentration totale en azote ammoniacal et dioxyde de carbone dissous sur leurs concentrations initiales respectives pour différentes températures. Débit d'aération 95 vvh.....	52
Figure 27 : étape de préaération : évolution du pH et du rapport entre la concentration totale en azote ammoniacal et dioxyde de carbone dissous sur leurs concentrations initiales respectives pour débits d'aération (35 et 95 vvh). Température 20°C.....	53
Figure 28 : Rendement d'Extraction de l'ammoniac (REA) en fonction de la charge hydraulique appliqué avec une solution synthétique de NH_4Cl (pH<12) et le perméat de NF (pH 11).	54
Figure 29 : Classement des sous-produits animaux en 3 catégories (RCE 1069/2009) - Source : Impact et Environnement.....	57
Figure 30 : Caractéristiques agronomiques des fertilisants issus de site de méthanisation ayant obtenus une AMM.....	64
Figure 31 : Extrait de l'annexe I de l'arrêté du 22 janvier 2019 modifiant l'arrêté du 5 septembre 2003 portant mise en application obligatoire de normes.....	66
Figure 32 : description du procédé	75
Figure 33 : Comparaison des modèles développés sur AQUASIM pour N=1, N=5 et N=10 compartiments avec les résultats expérimentaux (points rouges).	76
Figure 34 : Comparaison des modèles développés sur AQUASIM pour N=5 compartiments : modèle avec le calcul du KL moyen des résultats expérimentaux et modèle avec le coefficient de transfert issu d'une corrélation avec la vitesse de passage.....	77
Figure 35 : Détermination des couples T/pH permettant d'atteindre un rendement d'extraction de l'azote ammoniacal dans le TMCS de 75 %, pour différents débits.....	78
Figure 36 : Evolution du rendement maximal d'extraction de l'azote ammoniacal en fonction du débit. Les conditions de pH et température ont été fixés à 11,5 et 80 °C respectivement, où la forme NH_3 est maximisé.	78
Figure 37 : Détermination des couples T/pH permettant d'atteindre pour différents rendements avec un débit d'effluent fixe.....	79
Figure 38 : performances hydrauliques de la nanofiltration	79
Figure 39 : performances hydrauliques de l'osmose inverse.....	80
Figure 40 : Bilan de matière des différentes fractions de la filière.....	80
Figure 41 : Taux d'abattement sur la filière par rapport à la composition du digestat liquide.....	80
Figure 42 : Filière utilisée pour l'extraction d'eau.....	82
Figure 43 : Filière alternative moins consommatrice et plus robuste	83

SIGLES ET ACRONYMES

ADEME	Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie
AFPIA	Association pour la Formation Professionnelle dans les Industries de l'Ameublement

ABREVIATIONS

AMM : Autorisation de Mise sur le Marché
CRPM : Code Rural et Pêche Maritime
MAA : ministère de l'Alimentation et de l'agriculture
MAFOR : Matière Fertilisantes d'Origine Résiduaire
MF : Matière Fertilisante
MFSC : Matière Fertilisante et Supports de Culture
MO : Matière Organique
MTES : Ministère de la Transition Écologique et Solidarité
PNPP : Préparation Naturelle Peu Préoccupante
PPP : Produit PhytoPharmaceutique
SNUB : Substance Naturelle à Usage Biostimulant
SPAn : Sous-Produit Animaux

L'ADEME EN BREF

À l'ADEME - l'Agence de la transition écologique -, nous sommes résolument engagés dans la lutte contre le réchauffement climatique et la dégradation des ressources.

Sur tous les fronts, nous mobilisons les citoyens, les acteurs économiques et les territoires, leur donnons les moyens de progresser vers une société économe en ressources, plus sobre en carbone, plus juste et harmonieuse.

Dans tous les domaines - énergie, économie circulaire, alimentation, mobilité, qualité de l'air, adaptation au changement climatique, sols... - nous conseillons, facilitons et aidons au financement de nombreux projets, de la recherche jusqu'au partage des solutions.

À tous les niveaux, nous mettons nos capacités d'expertise et de prospective au service des politiques publiques.

L'ADEME est un établissement public sous la tutelle du ministère de la Transition écologique et du ministère de l'Enseignement supérieur, de la Recherche et de l'Innovation.

LES COLLECTIONS DE L'ADEME



FAITS ET CHIFFRES

L'ADEME référent : Elle fournit des analyses objectives à partir d'indicateurs chiffrés régulièrement mis à jour.



CLÉS POUR AGIR

L'ADEME facilitateur : Elle élabore des guides pratiques pour aider les acteurs à mettre en œuvre leurs projets de façon méthodique et/ou en conformité avec la réglementation.



ILS L'ONT FAIT

L'ADEME catalyseur : Les acteurs témoignent de leurs expériences et partagent leur savoir-faire.



EXPERTISES

L'ADEME expert : Elle rend compte des résultats de recherches, études et réalisations collectives menées sous son regard.



HORIZONS

L'ADEME tournée vers l'avenir : Elle propose une vision prospective et réaliste des enjeux de la transition énergétique et écologique, pour un futur désirable à construire ensemble.

OMIX Filière de fractionnement des digestats en eau d'irrigation et fertilisants renouvelables pour une méthanisation durable

Le procédé de méthanisation a été identifié comme une filière de valorisation dans le cadre de l'obligation de la valorisation des biodéchets des « gros producteurs » instaurée par l'article 204 de la loi du 12 juillet 2010, dite loi Grenelle 2. Cependant, pour assurer une durabilité économique et environnementale de la filière de valorisation des biodéchets par méthanisation, il est indispensable de développer des procédés et technologies pour pérenniser la valorisation de tous les produits sortants autres que le biogaz.

L'enjeu du projet OMIX est de proposer le développement expérimental et la démonstration d'une filière de transformation totale des digestats, issus d'un site de méthanisation traitant majoritairement des biodéchets, pour obtenir :

- Divers fertilisants (organiques, organo-minéraux, minéraux) assurant le retour des nutriments vers les sols,
- De l'eau pour une utilisation en irrigation ou en réutilisation, à une échelle territoriale.

L'originalité de ce projet est clairement cette recherche d'une double valorisation : eau et matière.

La démonstration technique de la filière Omix a été réalisée dans le bassin Toulousain de la région Occitanie/Pyrénées-Méditerranée : la société CLER-VERTS (utilisateur final) pour ses compétences dans la collecte et la valorisation de biodéchets, la société NEREUS (jeune entreprise innovante) pour le développement de procédés de fractionnement de digestats, et le LISBP-INSA de Toulouse (recherche publique) pour ses connaissances en génie des procédés appliqués à l'environnement.

Les résultats obtenus permettent de se projeter vers un schéma d'économie circulaire pour l'utilisation de l'eau et de l'azote qui nécessitent des développements complémentaires. Les données obtenues ont permis également de participer à l'évolution réglementaire sur les produits fertilisants renouvelables. D'un point de vue économique, le projet a posé les bases d'une nouvelle offre, proposée par NEREUS, pour extraire spécifiquement l'azote au travers de l'industrialisation à terme de contacteurs membranaires en partenariat avec TBI.

